

Ionenchromatographiesystem ICS-900 Bedienungsanleitung

Now sold under the
Thermo Scientific brand



Dokument Nr. 065215
Version 01
März 2008

HAFTUNGSAUSSCHLUSS

AUF DIESE PUBLIKATION KANN KEIN GEWÄHRLEISTUNGSANSPRUCH ERHOBEN WERDEN. DIONEX CORPORATION ÜBERNIMMT BEZÜGLICH DER VERWENDUNG ODER DER RESULTATE DER VERWENDUNG DIESER PUBLIKATION HINSICHTLICH KORREKTHEIT, GENAUIGKEIT, ZUVERLÄSSIGKEIT, AKTUALITÄT ODER ÄHNLICHEM KEINE GEWÄHRLEISTUNG ODER GARANTIE UND GIBT DARÜBER WEDER EXPLIZITE NOCH IMPLIZITE ZUSICHERUNGEN. WEITERHIN BEHÄLT SICH DIE DIONEX CORPORATION VOR, JEDERZEIT UND OHNE VORHERIGE ANKÜNDIGUNG ÄNDERUNGEN AM INHALT DIESER PUBLIKATION VORZUNEHMEN, OHNE DASS DIE DIONEX CORPORATION VORAB PERSONEN ODER ORGANISATIONEN ÜBER NEUE VERSIONEN ODER ÄNDERUNGEN INFORMIERT.

HANDELSMARKEN

AMMS, Chromeleon und CMMS sind eingetragene Marken der Dionex Corporation.
MMS, MicroMembrane und OnGuard sind Marken der Dionex Corporation.
Teflon und Tefzel sind eingetragene Marken der E.I. du Pont de Nemours und Company.
Microsoft, Windows 2000 und Windows XP sind eingetragene Marken der Microsoft Corporation.

VERSIONSVERLAUF

Version 01, März 2008

Contents

1 • Einleitung

2 • Beschreibung

3 • Betrieb und Instandhaltung

4 • Problembehandlung

5 • Wartung

1 • Einleitung

1.1 ICS-900 im Überblick

Das Ionenchromatographiesystem ICS-900 (ICS-900) von Dionex dient der isokratischen Ionenanalyse mittels Leitfähigkeitsdetektion (Suppressortechnik). Das ICS-900 ist ein integriertes Ionenchromatographiesystem, das aus einer Pumpe, einem Injektionsventil und einer Leitfähigkeitsmesszelle besteht. Weitere Systemkomponenten wie Vorsäule, Trennsäule und Suppressor sind separat erhältlich.

Das ICS-900 wird über einen PC mit Windows® XP oder Windows® 2000 sowie die Chromatographiesoftware Chromeleon® (ab Version 6.8 SP4) oder Chromeleon Xpress gesteuert. Das Datenverwaltungssystem Chromeleon ermöglicht die umfassende Steuerung der Instrumente sowie die Erfassung und Verwaltung der gemessenen Daten. Mit Chromeleon Xpress können die Chromatographieinstrumente in Echtzeit gesteuert und überwacht werden. Die Software enthält aber keine Funktionen zur Datenverwaltung.

Für die Kommunikation zwischen dem ICS-900 und dem PC, auf dem Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress installiert ist, wird der ICS-900 an die USB-Schnittstelle des PC oder eines USB-Hub angeschlossen.
Weitere Informationen dazu finden Sie in der
Installationsanleitung zum Ionenchromatographiesystem ICS-900
(Dokument Nr. 065214). Die Anleitung wird auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N 053891) und im Liefersatz des ICS-900 (P/N 067768) bereitgestellt.

HINWEISEine Einführung in die grundlegenden Konzepte der Ionenchromatographie finden Sie in Anhang E.

1.2 Bedienungsanleitung zum ICS-900

1.2.1 Überblick

Die elektronische Version (PDF-Datei) der Bedienungsanleitung des ICS-900 enthält zahlreiche Hypertextlinks, mit denen Sie schnell an andere Stellen im Text gelangen können. Zu diesen Links zählen:

- Einträge im Inhaltsverzeichnis
- Indexeinträge
- Querverweise (blau unterstrichen) zu anderen Abschnitten, zu Abbildungen, Tabellen usw.

Wenn Sie mit der Navigation in PDF-Dateien nicht vertraut sind, finden Sie eine entsprechende Anleitung im Hilfesystem von Adobe® Acrobat® bzw. Adobe Reader®.

Kapitel 1 **Einleitung**	Einführung zum ICS-900, Erläuterungen zu den in der Bedienungsanleitung verwendeten Konventionen, Sicherheitshinweise.
Kapitel 2 **Beschreibung**	Beschreibung der Betriebsfunktionen des ICS-900, des chromatographischen Flussweges und der zur Steuerung des ICS-900 erforderlichen Software.
Kapitel 3 **Betrieb und Instandhaltung**	Anleitung für den Betrieb des ICS-900 und Beschreibung der regelmäßig durchzuführenden Instandhaltungsmaßnahmen.
Kapitel 4 **Problem-behandlung**	Auflistung möglicher Probleme und schrittweise Anleitung zum Auffinden und Beseitigen der Problemursache.
Kapitel 5 **Wartung**	Schrittweise Anleitungen für Standardverfahren zur Wartung und zum Auswechseln von Teilen durch den Benutzer.
Anhang A **Technische Daten**	Beschreibung der technischen Daten und der Anforderungen an den Installationsstandort des ICS-900.

Anhang B Bestell-informationen	Auflistung der Ersatzteile für das ICS-900.
Anhang C TTL- und Relaissteuerung	Beschreibung der TTL- und Relaissteuerungseigenschaften des ICS-900.
Anhang D FAQ	Beantwortung von häufig gestellten Fragen zum Betrieb des ICS-900.
Anhang E Einführung in die Ionenchromato-graphie	Beschreibung der grundlegenden Konzepte der Ionenchromatographie.
Anhang F Glossar	Definitionen zu den Fachbegriffen der Ionenchromatographie.

1.2.2 Warnhinweise

In dieser Betriebsanleitung werden an erforderlicher Stelle Warnhinweise gegeben und Vorsichtsmaßnahmen beschrieben, die bei Berücksichtigung der Vermeidung von Verletzungen und/oder Sachschäden am ICS-900 dienen. Sicherheitshinweise werden fett hervorgehoben, und dem Hinweis wird eines der folgenden Symbole vorangestellt.



Bedeutet unmittelbare Gefahr. Missachtung kann zum Tod oder zu schwerwiegenden Verletzungen führen.



Bedeutet eine mögliche Gefährdung. Mißachtung kann zum Tod oder zu schwerwiegenden Verletzungen führen.



Bedeutet eine mögliche Gefährdung. Mißachtung kann zu kleineren oder mittelschweren Verletzungen führen. Wird auch verwendet, wenn eine Situation zu schweren Schäden am Gerät führen kann, jedoch keine Verletzungsgefahr besteht.



Weist auf eine Beeinträchtigung von Funktionen oder Prozessen des Instruments hin. Die Ausführung ist mit keiner Gefährdung verbunden.

Messages d'avertissement en français



Signale une situation de danger immédiat qui, si elle n'est pas évitée, entraînera des blessures graves à mortelles.



Signale une situation de danger potentiel qui, si elle n'est pas évitée, pourrait entraîner des blessures graves à mortelles.



Signale une situation de danger potentiel qui, si elle n'est pas évitée, pourrait entraîner des blessures mineures à modérées. Également utilisé pour signaler une situation ou une pratique qui pourrait gravement endommager l'instrument mais qui n'entraînera pas de blessures.

Warnings in English



Indicates an imminently hazardous situation which, if not avoided, will result in death or serious injury.



Indicates a potentially hazardous situation which, if not avoided, could result in death or serious injury.



Indicates a potentially hazardous situation which, if not avoided, may result in minor or moderate injury. Also used to identify a situation or practice that may seriously damage the instrument, but will not cause injury.

Hinweise

Die Bedienungsanleitung enthält auch informative Hinweise. Diese sind durch den Term „HINWEIS“ gekennzeichnet und ebenfalls fett hervorgehoben:

HINWEIS **HINWEISE lenken die Aufmerksamkeit auf bestimmte Informationen. Sie warnen vor unerwarteten Ergebnissen bestimmter Handlungen, geben Vorschläge zur Optimierung der Instrumentenleistung usw.**

1.3 Sicherheitsinformationen und Sicherheitsstandards

Das ICS-900 wurde zum Einsatz bei der Ionenchromatographie (IC) entwickelt und darf nur zu diesem Zweck verwendet werden. Der Betrieb des ICS-900 auf eine andere als von Dionex spezifizierte Weise kann zu Verletzungen führen.

Bei Fragen zur korrekten Verwendung des Systems sollten Sie sich vor dem Betrieb mit Dionex in Verbindung setzen. Wählen Sie in den USA die Telefonnummer 1-800-346-6390, und wählen Sie die Option „Technical Support“. Wenden Sie sich von außerhalb der USA an die nächstgelegene Dionex-Niederlassung.

1.3.1 Sicherheitskennzeichnung

Die auf dem ICS-900 angebrachten Plaketten von TÜV/GS, C-Tick, CE und die US-Sicherheitsmarke informieren über die Einhaltung folgender Sicherheitsstandards:

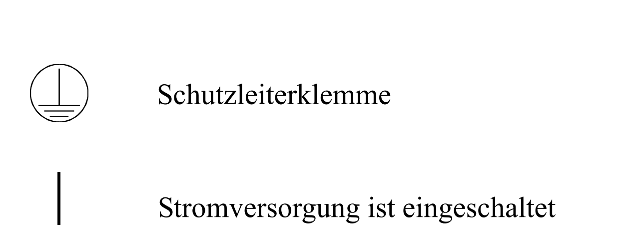
EMV-Anforderungen

EN 61326 1997, einschließlich A1:1998 und A2:2001

Sicherheit

- EN 61010-1:2001
- UL 61010-1:2004
- CAN/CSA-C22.2 61010-1:2004

Die folgenden Symbole sind auf dem ICS-900 angebracht oder auf Aufklebern auf dem ICS-900 zu finden:



Wechselstrom

Schutzleiterklemme

Stromversorgung ist eingeschaltet

Stromversorgung ist ausgeschaltet



Zeigt mögliche Gefährdung an. Erläuterungen und Handlungsanweisungen zu dieser Gefährdung finden Sie in dieser Bedienungsanleitung.

2 • Beschreibung

2.1 Betriebsweise

2.1.1 Fronttür und obere Abdeckung

Abbildung 2-1 zeigt die Fronttür und die obere Abdeckung des Ionenchromatographiesystem ICS-900 (ICS-900).



Abbildung 2-1. Ionenchromatographiesystem ICS-900

Statusanzeigen



Auf der Fronttür des ICS-900 befinden sich drei Statusanzeigen.

Beschriftung	Aktiv (Grün)	Blinkend
Power (Strom)	ICS-900 ist eingeschaltet	Kein Blinken
Ready (Bereit)	Systemprüfung ausgeführt, aber Sequenz noch nicht gestartet (Anzeigen bleiben aktiv, bis Ausführung gestartet oder Sequenz abgebrochen wird)	Systemprüfung fehlgeschlagen (wenn Systemprüfung länger als 10 Minuten erfolglos ausgeführt wird)
Run (Ausführung)	Ausführung/Datenerfassung läuft	Fehler/Warnung (einschließlich Injektionsventilstellung)

Weitere Statusinformationen und Warnmeldungen werden im Verlaufsprotokoll von Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress angezeigt. Eine Beschreibung der Meldungen finden Sie in Abschnitt 4.1.

Injektionsport

Der Injektionsport kann im Inneren des ICS-900 an das Injektionsventil angeschlossen werden. Die zu analysierende Probe wird mittels einer Spritze über den Injektionsport injiziert. Für eine automatische Probeninjektion kann das Injektionsventil des ICS-900 statt an den Injektionsport auch an einen Autosampler angeschlossen werden. Weitere Informationen zur Probeninjektionen finden Sie in Abschnitt 3.11.5.

Behälter für Eluent und Regenerent

In der oberen Abdeckung des ICS-900 befinden sich Vertiefungen zum Einsetzen einer Eluentenbehältereinheit (P/N 062510) und einer Regenerentenbehältereinheit (Anionen P/N 068222, Kationen P/N 068223).

- Das Elutionsmittel transportiert die Probe durch das ICS-900 und ermöglicht die Ionentrennung. Das passende Elutionsmittel hängt von der auszuführenden Analyse ab. Wenn das ICS-900 beispielsweise für eine Anionenanalyse eingesetzt werden soll, wird ein Carbonat-Eluent verwendet. Bei einer Kationenanalyse wird im ICS-900 Methansulfonsäure (MSA) als Eluent verwendet.
- Der Regenerent dient der Erneuerung der Fähigkeit des Suppressors, die Grundleitfähigkeit des Elutionsmittels zu unterdrücken. Wenn das ICS-900 für die Anionenanlayse konfiguriert ist, wird als Regeneriermittel verdünnte Schwefelsäure verwendet. Wenn das ICS-900 für die Kationenanalyse konfiguriert ist, wird als Regeneriermittel Tetrabutylammonium-Hydroxid (TBAOH) verwendet. Weitere Informationen zur Suppressorregeneration finden Sie in Abschnitt 2.3.5.

2.1.2 Montageplatte für Komponenten

Abbildung 2-2 zeigt die auf der Montageplatte hinter der Fronttür des ICS-900 befestigten Komponenten.

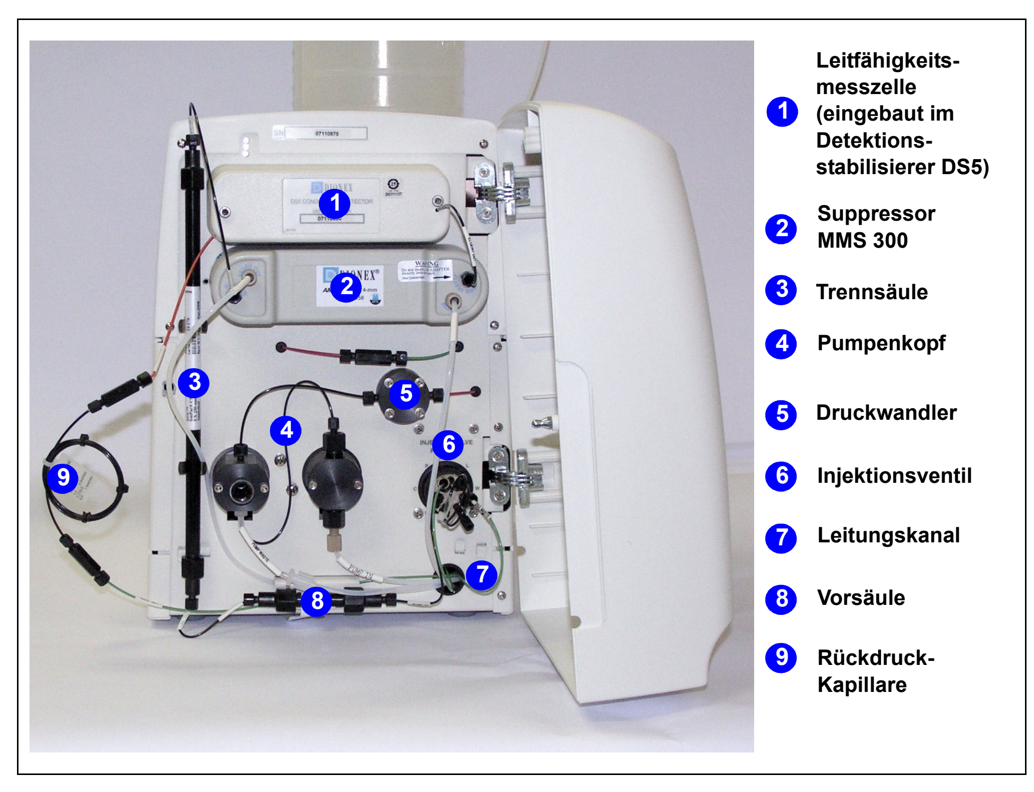


Abbildung 2-2. Montageplatte für Komponenten im ICS-900

Leitfähigkeitsmesszelle

Die durchflusserhitzte Leitfähigkeitsmesszelle misst die elektrische Leitfähigkeit der Analytionen, wenn diese die Messzelle durchfließen. Ein Wärmetauscher im Inneren der Messzelle erhöht die Temperatur auf 40 °C. Die Messzelle befindet sich innerhalb des Detektionsstabilisierers DS5 (P/N 067761). Weitere Informationen zur Leitfähigkeitsmesszelle und zum Detektionsstabilisierer DS5 finden Sie in Abschnitt 2.3.1.

MicroMembrane-Suppressor MMS™ 300

Mit dem Suppressor MMS 300 wird die Leitfähigkeit des Eluenten reduziert und die der Ionen in der Probe erhöht, was die Detektionsempfindlichkeit verbessert. Weitere Informationen zum Suppressor MMS 300 finden Sie in Abschnitt 2.3.4.

Trennsäule und Vorsäule

Trennsäule und Vorsäule sind mit Harzmaterial gepackt. In ihnen erfolgt die Trennung der Probenionen. Die Hauptfunktion der Vorsäule besteht darin, Verunreinigungen abzufangen und Partikel zu entfernen, die zu einer Beschädigung der Trennsäule führen können.

Druckwandler

Der Druckwandler misst den Systemgegendruck. Weitere Informationen zum Druckwandler finden Sie in Abschnitt 2.3.2.

Pumpenköpfe

Das ICS-900 enthält eine serielle Doppelkolbenpumpe. Die Flussrate kann auf Werte zwischen 0,01 mL/min und 5,00 mL/min eingestellt werden. Für eine optimale Leistung sollte die Flussrate jedoch zwischen 0,20 und 3,00 mL/min liegen. Bei einer eingestellten Flussrate von 0,00 mL/min wird die Pumpe ausgeschaltet. Weitere Informationen zur Pumpe finden Sie in Abschnitt 2.3.1.

Injektionsventil

Das Injektionsventil ist ein elektrisch aktiviertes Ventil mit sechs Anschlüssen. Weitere Informationen zum Injektionsventil finden Sie in Abschnitt 2.3.3.

Leitungskanal

Der Leitungskanal dient der Zuführung der Leitungen von der Komponentenplatte durch das Innere des ICS-900 zur Rückplatte.

2.1.3 Rückplatte

Abbildung 2-3 zeigt die Rückplatte des ICS-900.

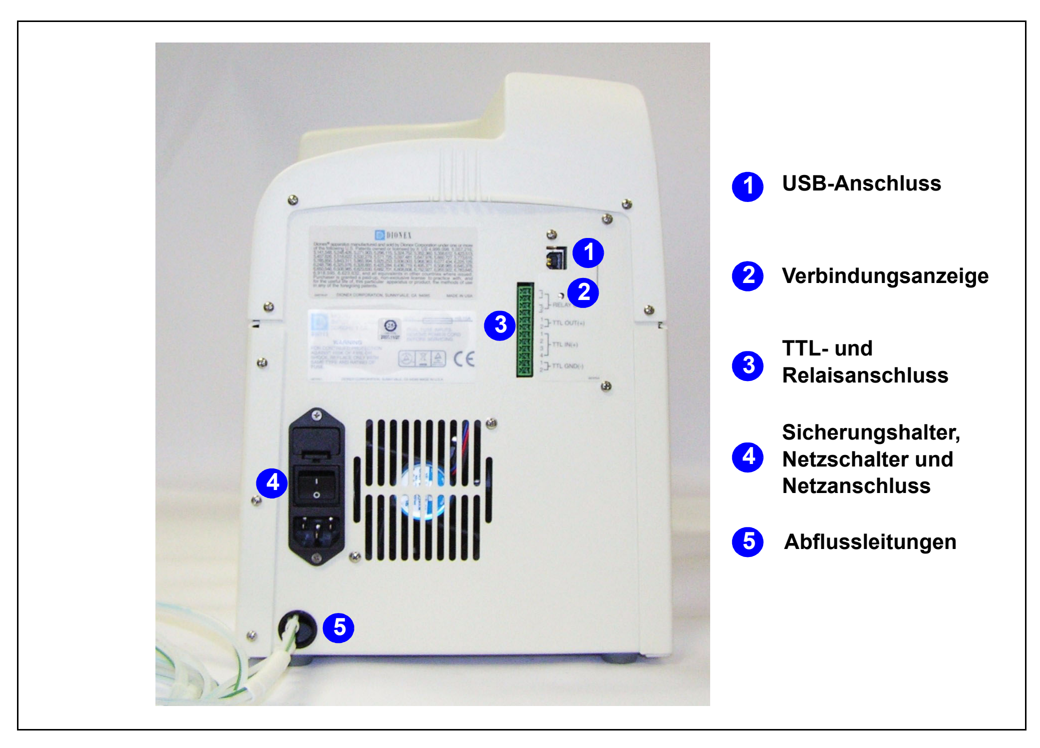


Abbildung 2-3. Rückplatte des ICS-900

USB-Anschluss

Über den USB-Anschluss wird das ICS-900 an den PC angeschlossen, auf dem Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress installiert ist. In der Standardkonfiguration des Systems wird das ICS-900 an den PC angeschlossen, indem ein USB-Kabel vom USB-Anschluss des ICS-900 an den USB-Anschluss des PC gelegt wird. Eine detaillierte Anleitung zum Herstellen der Verbindung finden Sie in der *Installationsanleitung zum Ionenchromatographiesystem ICS-900* (Dokument Nr. 065214), die

auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N 053891) und im Liefersatz des ICS-900 (P/N 067768) bereitgestellt wird.

Verbindungsanzeige



Die Verbindungsanzeige informiert über den Kommunikationsstatus zwischen dem ICS-900 und dem PC, auf dem Chromeleon oder Chromeleon Xpress installiert ist.

Anzeige	Beschreibung
Ein	ICS-900 und PC sind miteinander verbunden, momentan werden aber keine Daten übertragen
Blinken	ICS-900 und PC sind miteinander verbunden, und Daten werden übertragen
Aus	ICS-900 und PC sind nicht miteinander verbunden

TTL- und Relaisanschluss

Die TTL/Relais-Anschlussleiste bietet zwei TTL-Ausgänge, zwei Relaisausgänge und vier TTL-Eingänge. Die Ausgänge können zur Steuerung von Funktionen anderer TTL- oder Relais-gesteuerter Geräte verwendet werden. Über die Eingänge kann die Stellung des Injektionsventil geschaltet, die Pumpe ein-/ausgeschaltet und ein Autozero-Befehl ausgeführt werden. Eine Anleitung zum Herstellen der Verbindungen finden Sie in Anhang C.

Sicherungshalter, Netzschalter und Netzanschluss

- Der Sicherungshalter enthält zwei flinke IEC 127-Sicherungen mit 3,15 A (P/N 954745). Eine Anleitung zum Auswechseln der Sicherungen finden Sie in Abschnitt 5.13.
- Über den Netzschalter wird die Stromversorgung des ICS-900 ein- und ausgeschaltet.
- Der Netzstecker wird an eine IEC 320-Buchse mit drei Stiften angeschlossen.



The power supply cord is used as the main disconnect device. Make sure the socket-outlet is located near the ICS-900 and is easily accessible.



Le cordon d'alimentation principal est utilisé comme dispositif principal de débranchement. Veillez à ce que la prise de base soit située/installée près du module et facilement accessible.



Das Netzkabel ist das wichtigste Mittel zur Stromunterbrechung. Stellen Sie sicher, dass sich die Steckdose nahe am Gerät befindet und leicht zugänglich ist.

Abflussleitungen

Die folgenden Leitungen werden durch den Leitungskanal in der unteren linken Ecke der Rückplatte aus dem ICS-900 herausgeführt.

- Eluent
- Regenerent
- Messzellenauslass
- Abfall (Probe, Regenerent und Pumpenmittel)

2.2 Fließschema

Abbildung 2-4 zeigt den Flussweg durch das ICS-900.

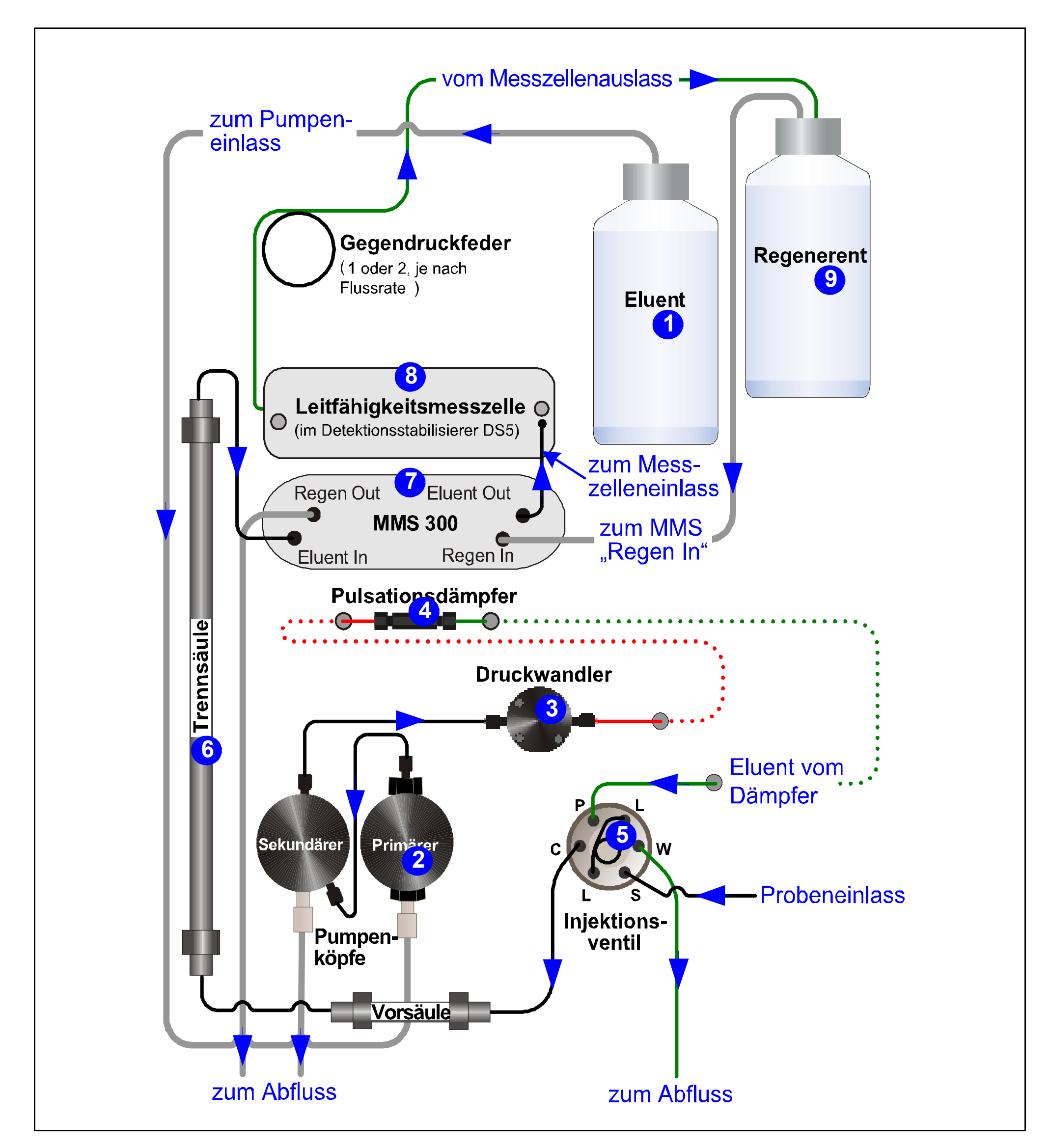


Abbildung 2-4. Fließschema des ICS-900

Die Flüssigkeit fließt durch das ICS-900 gemäß des folgenden Flussweges. Die Positionszahlen innerhalb des Flussweges verweisen auf die entsprechenden Ziffern in Abbildung 2-4.

- Eluent aus dem Eluentenbehälter❶ wird in die Pumpe gesogen❷. Die Pumpe drückt den Eluenten durch den Druckwandler❸, der den Systemdruck misst, und durch einen Pulsationsdämpfer❹, welcher geringfügige Druckunterschiede der Pumpe ausgleicht, um eine möglichst rauschfreie Basislinie zu erzielen.
- Der Eluent fließt danach in das Injektionsventil❺. Nach dem Zuführen der Probe in die Probenschleife und das Schalten des Injektionsventils in die Injektionsstellung, fließt der Eluent durch die Probenschleife und drückt die Probe in den Eluentenstrom.
- Die Mischung aus Eluent und Probe wird durch die Vorsäule und die Trennsäule gepumpt❻. Dabei werden die Ionen durch einen Ionenaustauschprozess getrennt.
- Die Eluent/Proben-Mischung fließt danach durch den Suppressor❼, der die Leitfähigkeit des Eluenten unterdrückt und die des Analyts erhöht. Durch den Suppressor fließt kontinuierlich Regeneriermittel, so dass die Ionenaustauschbereiche immer wieder in den Ausgangszustand zurückgeführt werden.
- Die Eluent/Proben-Mischung fließt danach durch die Leitfähigkeitsmesszelle❽, in der die Detektion der Analyte erfolgt. Dabei wird ein Signal erzeugt und an die Verwaltungssoftware Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress übertragen.
- Abschließend fließt der Eluent aus der Messzelle heraus in den Regenerentenbehälter❾, wo er das Regeneriermittel in den Suppressor drückt.

2.3 Details zu den Systemkomponenten

2.3.1 Pumpe

Die Pumpe des ICS-900 ist ein Mikroprozessor-basiertes isokratisches System zur Bereitstellungen des Eluenten. Variable Geschwindigkeiten und die Doppelkolbenkonstruktion ermöglichen ein schwingungsfreies Pumpen auch bei anspruchsvollsten Anwendungen.

Primärer Pumpenkopf

Der primäre Pumpenkopf pumpt den Eluenten in den sekundären Kopf (siehe Abbildung 2-5). Die am Boden (Einlass) und Oberteil (Auslass) des primären Pumpenkopfes befindlichen Kontrollventile verhindern ein Rückfließen in die Pumpe.

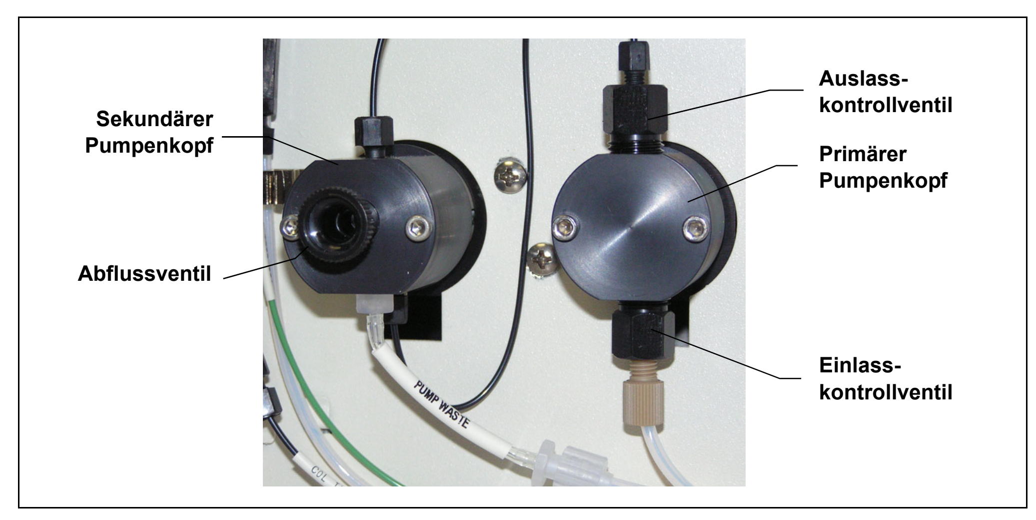


Abbildung 2-5. Pumpenkomponenten des ICS-900

Sekundärer Pumpenkopf

Über den sekundären Pumpenkopf wird der Eluent zum Druckwandler geleitet. Das Abflussventil befindet sich vorn am sekundären Pumpenkopf (siehe Abbildung 2-5).

Zum Öffnen des Abflussventils wird der Knopf eine halbe Umdrehungen entgegen dem Uhrzeigersinn gedreht. Wenn das Abflussventil geöffnet ist, wird das gesamte Auslassmaterial in den Abfluss geleitet.

2.3.2 Druckwandler

Der Druckwandler misst den Systemdruck genau dort, wo der Eluent durch das Kontrollventil am Auslass des Pumpenkopfes fließt. Der gemessene Druck zeigt an, ob das Pumpensystem einen gleichmäßigen, korrekten Fluss bereitstellt. Diese Druckwerte können mit Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress überwacht werden.

Der Systemdruck muss konstant bleiben (nicht mehr als 3 % Differenz zwischen den einzelnen Messwerten). Die Grenzwerte für zu hohen und zu niedrigen Druck können verwendet werden, um den Pumpenfluss bei über Überschreiten der Grenzwerte zu stoppen. Die Druckgrenzwerte können mit Chromeleon im Dialogfeld „Server Configuration Properties“ (Eigenschaften der Serverkonfiguration) oder im Programm Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress eingestellt werden. Informationen zur Problembehandlung bei Überschreiten eines Grenzwertes finden Sie in Abschnitt 4.7.

Pulsationsdämpfer

Die Flüssigkeit fließt weiter vom Auslass des Druckwandlers zum Pulsationsdämpfer, mit dessen Hilfe geringe Druckdifferenzen ausgeglichen werden. Von hier führt der Flussweg direkt zum Injektionsventil und danach zur Restflüssigkeit des Chromatographiesystems.

2.3.3 Injektionsventil mit Probenschleife

Das Injektionsventil ist ein elektrisch aktiviertes Rheodyne-Ventil mit sechs Anschlüssen. Werkseitig wird das Ventil mit einer 10 µl-Probenschleife (P/N 042949) installiert. Das Ventil hat zwei Betriebsstellungen: Zuführen und Injizieren. In Abhängigkeit von der Ventilstellung durchfließt der Eluent entweder den Zuführweg oder den Injektionsweg.

Abbildung 2-6 zeigt die Fließschemata für das Ventil.

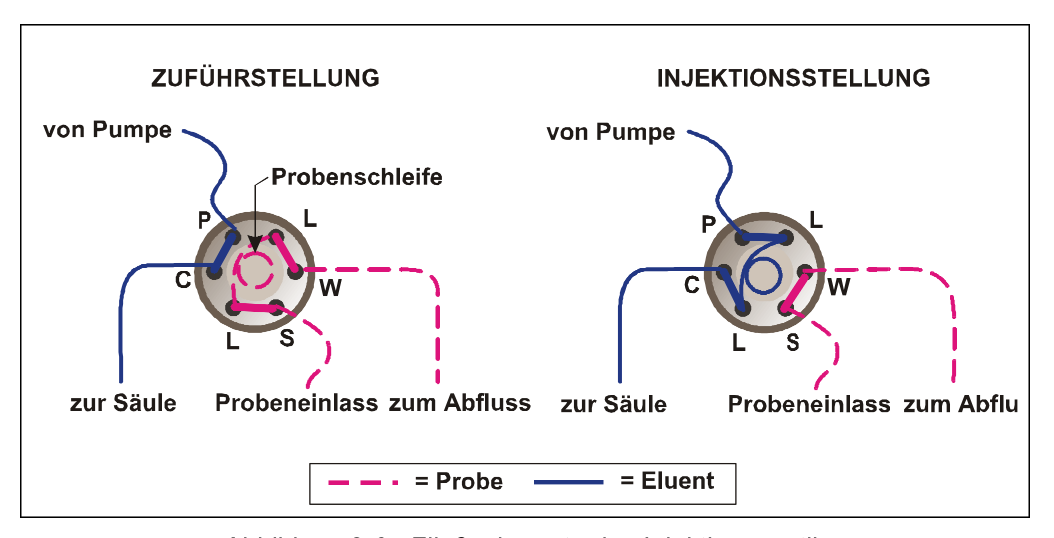


Abbildung 2-6. Fließschemata des Injektionsventils

- In der Ladeposition wird die Probe der Probenschleife zugeführt, wo sie bis zur Injektion verbleibt. Der Eluent fließt von der Pumpe durch das Ventil und danach unter Umgehung der Probenschleife zur Säule. Die Probe fließt von der Injektionsspritze oder, falls installiert, vom Autosampler durch das Ventil in die Probenschleife. Überflüssiges Probenmaterial wird über die Abflussleitung entsorgt.
- In Injektionsstellung wird die Probe für die Analyse zur Säule gespült. Der Eluent fließt von der Pumpe durch die Probenschleife und dann mit dem in der Probenschleife aufgenommenen Material weiter zur Säule. In Abschnitt 3.11.2 wird beschrieben, wie Proben manuell injiziert werden. Abschnitt 3.11.3 beschreibt die Injektion von Proben mit einem Autosampler.

2.3.4 MicroMembrane-Suppressor MMS 300

Mit dem Suppressor MMS 300 wird die Leitfähigkeit des Eluenten reduziert und die der Ionen in der Probe erhöht, was die Detektionsempfindlichkeit verbessert.

Wie in Abbildung 2-7 gezeigt, wie durch den gleichmäßigen Fluss des Regenerenten über die Membran die Suppressionsfähigkeit des MMS 300 ständig erneuert.

Durch einen speziellen Prozess, Displacement Chemical Regeneration (DCR) genannt, wird der Regenerent aus dem Regenerentenbehälter zum Suppressor gedrückt. Weitere Informationen dazu finden Sie in Abschnitt 2.3.5.

Weitere Informationen zum MMS 300 finden Sie in der Suppressoranleitung. Suppressoranleitungen befinden sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N 053891).

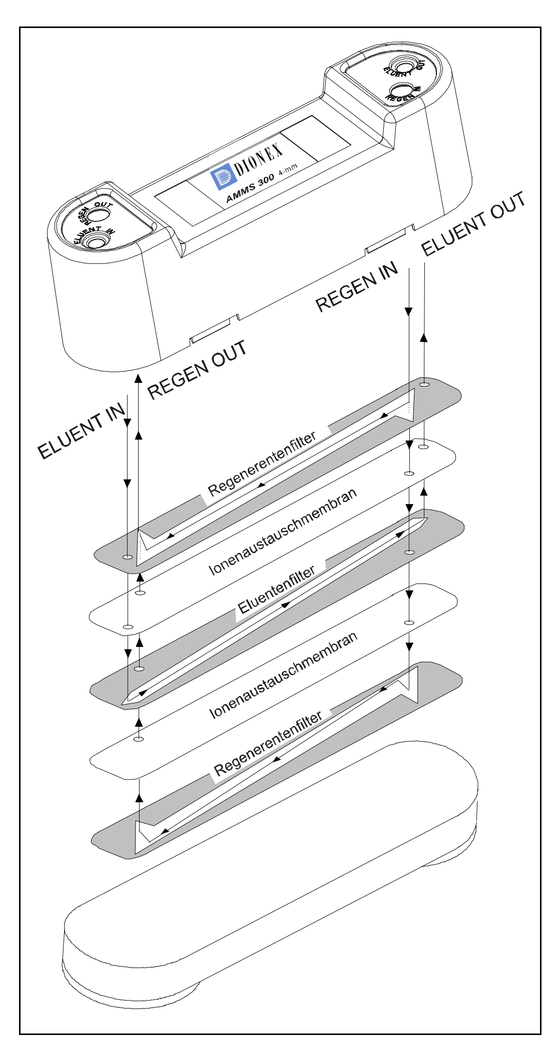


Abbildung 2-7. Suppressor MMS 300

2.3.5 Displacement Chemical Regeneration (DCR)

Displacement Chemical Regeneration (DCR) ist ein Prozess, bei dem die Regeneration durch physikalische Verdrängung erfolgt. Dies wird genutzt, um die Fähigkeit des Suppressors MMS 300 zur Unterdrückung der Leitfähigkeit des Eluenten zu erneuern. Im DCR-Modus wird der aus der Messzelle austretende Eluent in den Regenerentenbehälter gepumpt. Der Eluent setzt den Behälter unter Druck und drängt dadurch das Regeneriermittel in den Suppressor. Da der Eluent jedoch eine andere Dichte als der Regenerent aufweist, vermischen sich beide Flüssigkeiten nicht.

Im anionischen DCR-Prozess (siehe Abbildung 2-8) weist der Eluent eine geringere Dichte als der Regenerent auf und verbleibt im oberen Bereich des Behälters. Dadurch wird der Regenerent in die Regenerentenleitung am Boden des Behälters und hin zum Suppressor verdrängt.

Bei einem kationischen DCR-Prozess (siehe Abbildung 2-9) weist der Eluent eine höhere Dichte als der Regenerent auf und sinkt daher auf den Grund des Behälters. Der Regenerent wird dabei in die Regenerentenleitung oben am Behälter und zum Suppressor hin verdrängt.

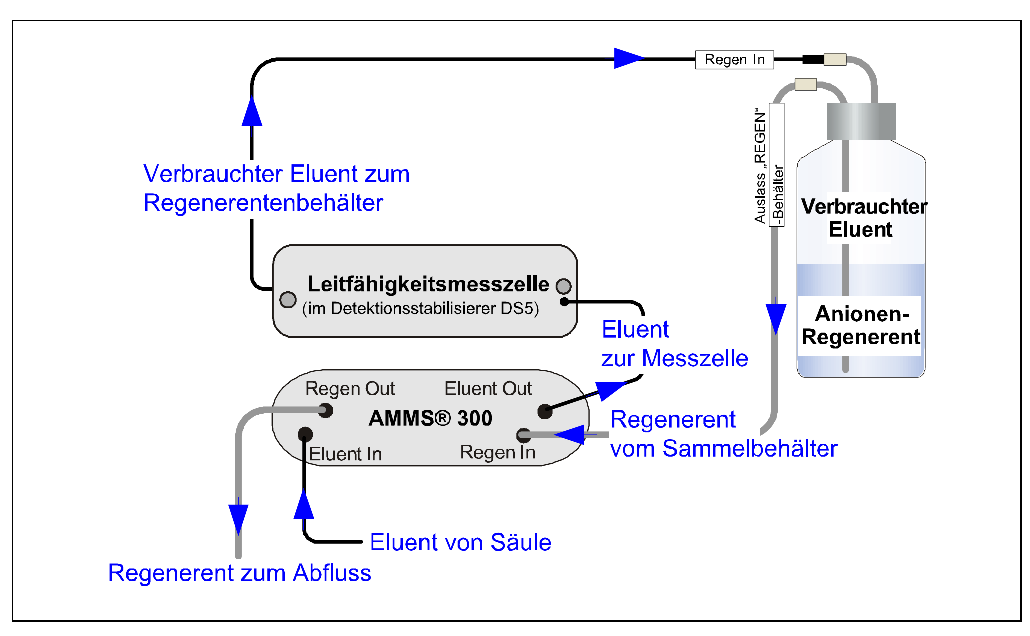


Abbildung 2-8. Anionischer Displacement Chemical Regeneration (DCR)-Prozess im ICS-900

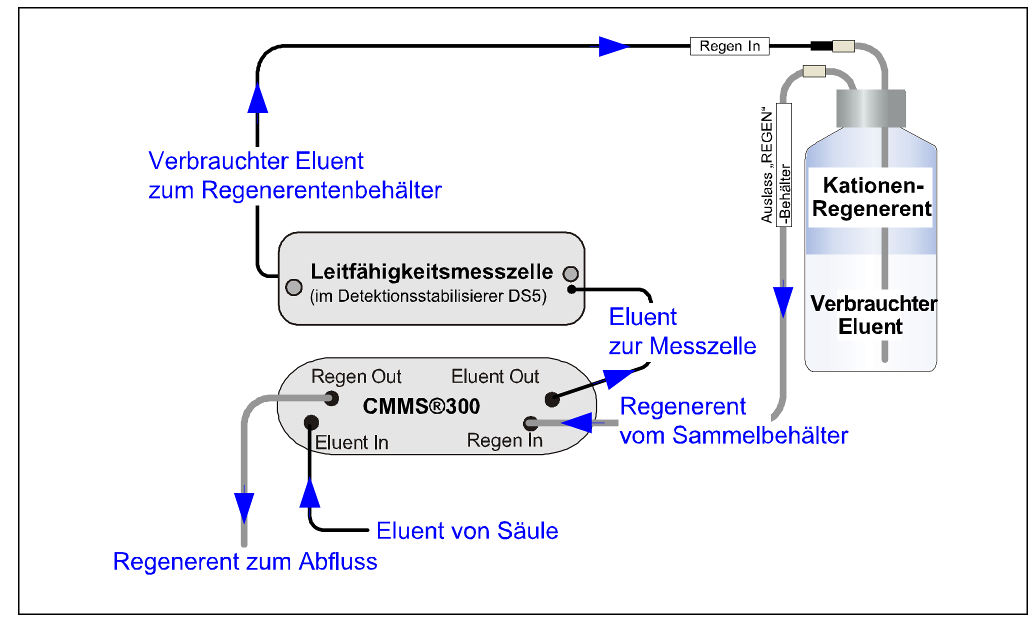


Abbildung 2-9. Kationischer Displacement Chemical Regeneration (DCR)-Prozess im ICS-900

Die Anschlüsse am Regenerentenbehälter hängen davon ab, ob im System ein anionischer oder ein kationischer Prozess ablaufen soll. Es sind Regenerentenbehälter für beide Prozesstypen erhältlich: Anionischer Regenerentenbehältersatz (P/N 068222) und Kationischer Regenerentenbehältersatz (P/N 068223). Weitere Anweisungen finden Sie in der *DCR Kit-Installationsanleitung* (Dokument Nr. 031664), die auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N 053891) verfügbar ist.

2.3.6 Leitfähigkeitsmesszelle und Detektionsstabilisierer DS5

Die durchflusserhitzte Leitfähigkeitsmesszelle enthält zwei 316er Edelstahlelektroden, die dauerhaft abgedichtet im PEEK-Messzellenkörper eingebaut sind. Die Messzelle misst die elektrische Leitfähigkeit der Analytionen, wenn diese die Messzelle durchfließen.

Die Temperatur wirkt sich direkt auf die Leitfähigkeit der Lösung aus. So können beispielsweise die Klimaanlagen in einem Labor zu einer instabilen Basislinie führen. Dies wiederum verhindert die

Reproduzierbarkeit einer Analyse. Je höher die Leitfähigkeit, desto ausgeprägter ist dieser Effekt.

Bei der Ionenanalyse werden die Effekte von Temperaturschwankungen durch Unterdrückung der Leitfähigkeit im Eluenten minimiert. Die Temperatur wird intern entsprechend eines voreingestellten Wertes ausgeglichen, so dass keine zu starken Änderungen in der Baselinie oder bei den Peakhöhen auftreten. Dank dieser Temperaturkompensation wird die Stabilität der Basislinie erhöht.

In der Leitfähigkeitsmesszelle des ICS-900 wird die Leitfähigkeit durch Erwärmen beeinflusst, um so die Temperatur zu regeln und Schwankungen auszugleichen. Ein Wärmeaustauscher innerhalb der Messzelle des ICS-900 reguliert die Temperatur. Alle Daten werden bei 40 °C erfasst.

Die Messzelle befindet sich im Inneren des Detektionsstabilisierers DS5 (P/N 067761) (siehe Abbildung 2-10). Dadurch wird der Einfluss von Schwankungen der Außentemperatur auf die Messzelle zusätzlich verringert.

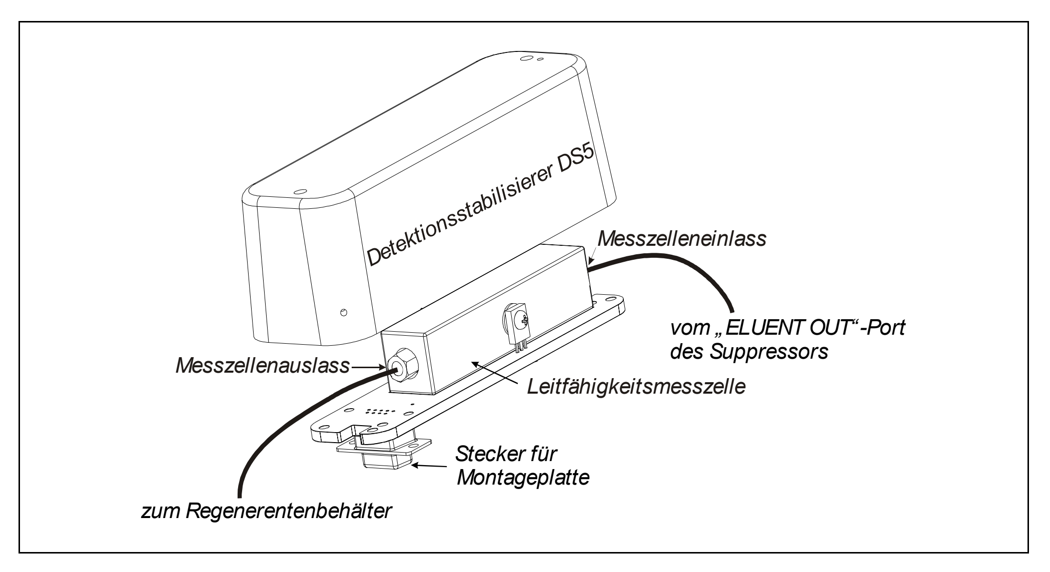


Abbildung 2-10. Leitfähigkeitsmesszelle und Detektionsstabilisierer DS5

Die Leitfähigkeitsmesszelle verfügt über zwei Detektionsmessbereiche: 0 bis 500 µS oder 0 bis 10.000 µS. Wählen Sie den Bereich in

Abhängigkeit von den für die Anwendung zu erwartenden Detektionsmessdaten aus. Der Standardbereich von 0 bis 500 µS ist für die meisten Anwendungen geeignet. Der Detektionsmessbereich wird über die Serverkonfigurationsfunktion von Chromeleon im Dialogfeld „Properties“ (Eigenschaften) eingestellt. Weitere Informationen dazu finden Sie in der *Installationsanleitung zum Ionenchromatographiesystem ICS-900* (Dokument Nr. 065214), die auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N 053891) und im Liefersatz des ICS-900 (P/N 067768) bereitgestellt wird.

2.4 Chromeleon und Chromeleon Xpress

Das ICS-900 wird über einen PC gesteuert, auf dem das Chromatographieverwaltungssystem Chromeleon oder Chromeleon Xpress installiert ist. Das Datenverwaltungssystem Chromeleon ermöglicht die umfassende Steuerung der Instrumente sowie die Erfassung und Verwaltung der gemessenen Daten. Mit Chromeleon Xpress können die Chromatographieinstrumente in Echtzeit gesteuert und überwacht werden. Die Software enthält aber keine Funktionen zur Datenverwaltung.

2.4.1 Das Bedienfeld

Über das *Bedienfeld* von Chromeleon und Chromeleon Xpress erfolgt zentral die Steuerung aller Systemfunktionen. Das Bedienfeld für das ICS-900 umfasst normalerweise folgende Steuerfelder:

- Das ICS-900-Steuerfeld (siehe Abbildung 2-11) stellt den Zugriff auf Funktionen des ICS-900 bereit. Die Registerkarte ist mit dem Namen der Zeitbasis beschriftet, mit der das ICS-900 konfiguriert ist.

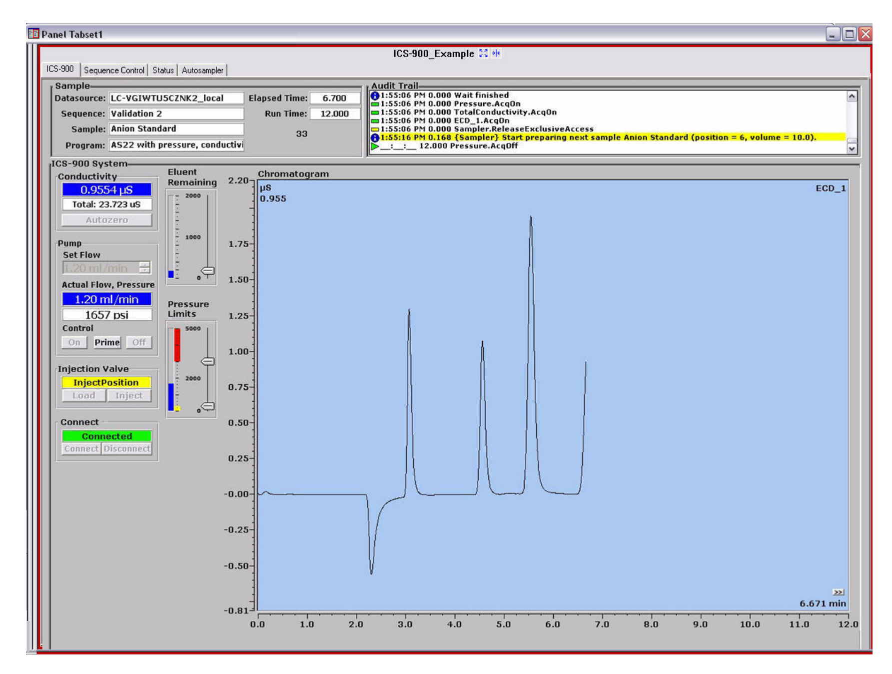
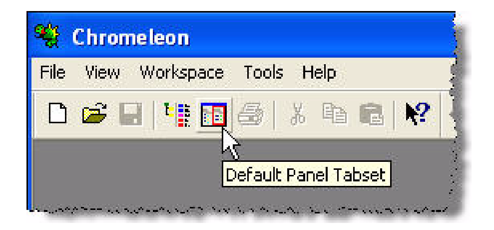


Abbildung 2-11. ICS-900-Steuerfeld auf dem Bedienfeld

- Über das Steuerfeld **Sequence Control** (Sequenzsteuerung) können *Sequenzen* (Gruppen von Probeninjektionen, die in der angegebenen Reihenfolge analysiert werden sollen) definiert und ausgeführt werden.
- Auf dem Steuerfeld **Status** wird der Gesamtstatus des Systems angezeigt.
- Das Steuerfeld **Autosampler** (nur angezeigt, wenn am ICS-900 ein AS Autosampler angeschlossen ist) wird der Zugriff auf die AS-Funktionen gegeben.

Das Öffnen des Bedienfeldes erfolgt mit einer der beiden folgenden Methoden:

- Wenn Chromeleon installiert ist, starten Sie Chromeleon. Danach klicken Sie auf der Symbolleiste auf die Schaltfläche **Default Panel Tabset** (Standardbedienfeld), oder Sie wählen **View > Default Panel Tabset** (Anzeigen > Standardbedienfeld).



- Wenn Chromeleon Xpress installiert ist, starten Sie die Anwendung. Das Bedienfeld für ICS-900 wird automatisch angezeigt.

2.4.2 Softwaresteuerungsmodus

Zur Softwaresteuerung sind zwei Modi verfügbar: Direktsteuerung und programmierte Steuerung.

- Bei der *Direkt*steuerung werden die Betriebsparameter und Befehle über die Steuerfelder ausgewählt. Befehle werden im Direktsteuerungsmodus sofort nach der Eingabe ausgeführt. Weitere Informationen zur Direktsteuerung finden Sie in Abschnitt 3.11.2.
- Bei der *programmierten* Steuerung wird eine Liste mit Steuerungsbefehlen erstellt, die dann in der angegebenen Reihenfolge ausgeführt werden. Programme können mit Hilfe eines Softwareassistenten automatisch erstellt werden. Weitere

Informationen zur programmierten Steuerung finden Sie in Abschnitt 3.11.3.

2.4.3 „System Wellness“ und „Predictive Performance“

„System Wellness“ überwacht die Funktionstüchtigkeit des gesamten Chromatographiesystems. Der Funktionssatz ermöglicht die Diagnose und Kalibrierung, so dass ungeplante Systemausfälle verhindert werden und der zuverlässige Betrieb der einzelnen Systemkomponenten sichergestellt ist. Weitere Informationen zu „System Wellness“ finden Sie in Abschnitt 5.1.

„Predictive Performance“ stellt Funktionen zur Überwachung des Einsatzes auswechselbarer Teile und für geplante Wartungsverfahren zur Verfügung. Mit „Predictive Performance“ können folgende Funktionen überwacht werden:

- Anzahl der Stunden, die das ICS-900 in Verwendung ist
- Anzahl der Schaltvorgänge (Zyklen) am Injektionsventil
- Anzahl der Hubvorgänge des Pumpenkolben
- Geschätzter Verschleiß der Kolbendichtung
- Menge an Elutionsmittel, das durch Suppressor und Säule gepumpt wird

Sie können Grenzwerte für Injektionsventilzyklen, Kolbenhubvorgänge, Dichtungsverschleiß am Kolben, Suppressorgebrauch und Säulengebrauch festlegen. Für jeden Parameter können zwei Grenzwerte eingestellt werden. Wenn der erste Grenzwert erreicht ist, wird im Verlaufsprotokoll („Audit Trail“) von Chromeleon oder Chromeleon Xpress eine Warnmeldung angezeigt. Bei Erreichen des zweiten Grenzwerts wird im Verlaufsprotokoll eine Fehlermeldung angezeigt. Nach dem Auswechseln einer Komponente muss der entsprechende Zähler auf Null zurückgesetzt werden.

Verschiedene Anwendungen verursachen unterschiedliche Verschleißraten an den Verbrauchsmitteln im Instrument. Ermitteln Sie aus der Erfahrung die passenden Grenzwerte, die angeben, wann der nächste Wartungsvorgang erforderlich ist.

Die Befehle und Parameter der Funktion „Predictive Performance“ stehen in Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress im Dialogfeld „Commands“ (Befehle) zur Verfügung. Öffnen Sie das Dialogfeld „Commands“ (Befehle) durch Drücken der Taste **F8**. Erweitern Sie die Liste von Befehlen unter **„Pump_ECD“**, und blättern Sie zu den Befehlen von „Predictive Performance“: **„InjectValveCycles“ (Injektionsventilzyklen), „PumpPistonStrokes“ (Pumpenkolbenhübe), „SealWear“ (Dichtungsverschleiß), „SuppressorVolume“ (Durchflussvolumen), „ColumnVolume“ (Säulenmenge)** (siehe Abbildung 2-12).

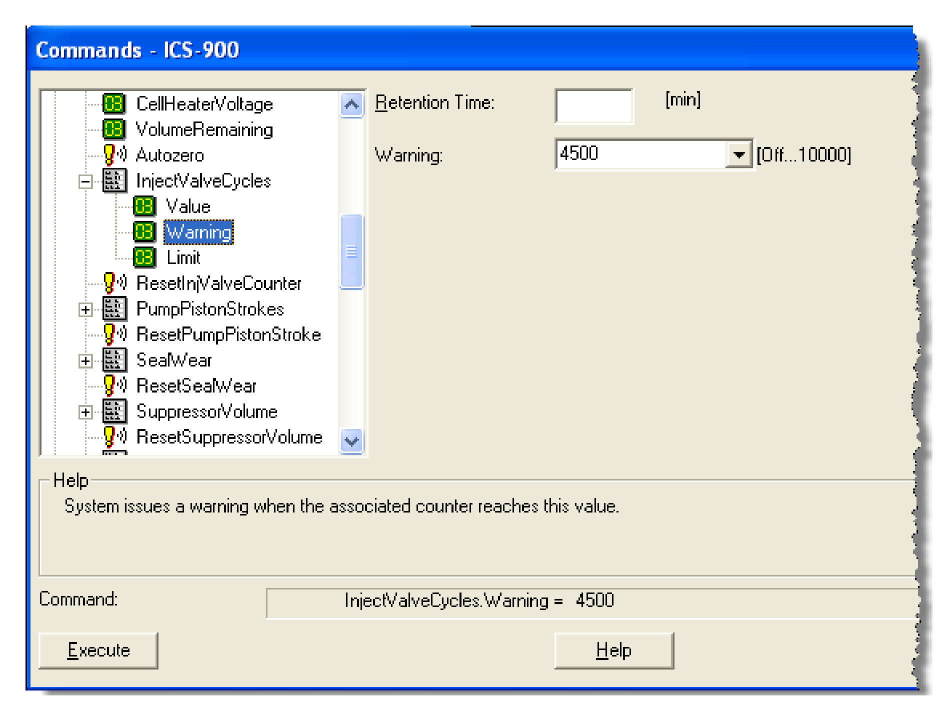


Abbildung 2-12. „Predictive Performance“-Befehle: „InjectValveCycles“ (Injektionsventilzyklen)

Wenn Sie keine Warn- oder Fehlermeldungen erhalten möchten, können Sie diese deaktivieren, indem Sie für jede „Predictive Performance“-Funktion die Parameter „Warning“ (Warnung) und „Limit“ (Grenzwert) auf **„Off“** (Aus) setzen.

3 • Betrieb und Instandhaltung

In diesem Kapitel werden die Standardverfahren für Betrieb und Instandhaltung des Ionenchromatographiesystem ICS-900 (ICS-900) beschrieben.

3.1 Überblick über den Systembetrieb

Abbildung 3-1 zeigt die grundlegenden Schritte im Standardbetrieb des ICS-900.

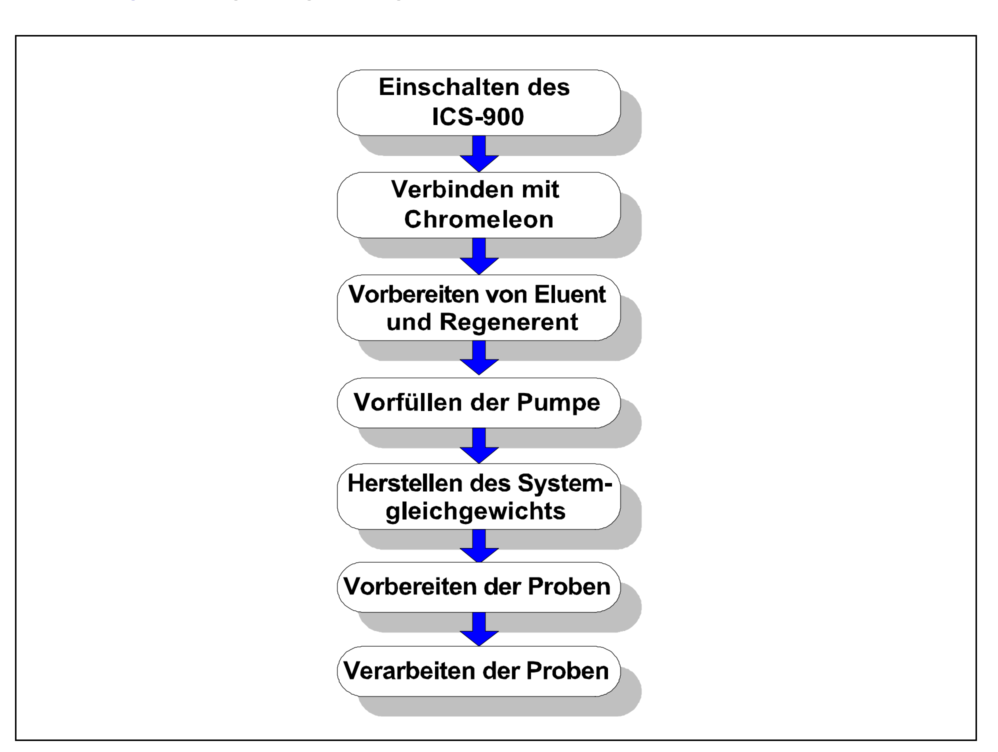


Abbildung 3-1. Ablaufschema für den Betrieb des ICS-900

3.2 Einschalten des ICS-900

Drücken Sie den Netzschalter auf der Rückplatte des ICS-900 (siehe Abbildung 2-3), um das System einzuschalten. Folgende Situation besteht nach dem Einschalten:

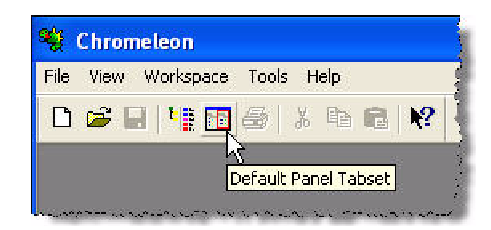
- Die Pumpe ist aus.
- Das Injektionsventil ist in der Ladeposition.
- Der Leitfähigkeitsdetektor beginnt mit dem Ablesen der elektrischen Leitfähigkeit.

3.3 Verbindungsaufbau zu Chromeleon oder Chromeleon Xpress

1. Schalten Sie den PC ein.
2. Starten Sie den Chromeleon-Server, falls dieser noch nicht ausgeführt wird.
   a. Überprüfen Sie auf der Windows-Taskleiste das Symbol für den Chromeleon-Servermonitor.
      - Wenn der Server ausgeführt wird, ist das Symbol grau .
      - Wenn der Server nicht ausgeführt wird, ist das Symbol rot durchgestrichen . Klicken Sie zum Starten des Servers mit der rechten Maustaste, und wählen Sie im Kontextmenü **„Start Server“** aus.

   b. Wenn das Servermonitorsymbol nicht auf der Taskleiste angezeigt wird, klicken Sie auf **„Start“**, und wählen Sie danach **„Alle Programme“** (oder **„Programme“**) > **„Chromeleon“** > **„Server Monitor“** aus. Der Servermonitor wird geöffnet. Klicken Sie zum Starten des Servers auf **„Start“**.
3. Klicken Sie zum Starten des Chromeleon-Clients auf **„Start“**, und wählen Sie dann **„Alle Programme“** (oder **„Programme“**) > **„Chromeleon“** > **„Chromeleon“** aus.

4. Wenn Chromeleon installiert ist, wird das Bedienfeld durch Auswahl von **„View“ > „Default Panel Tabset“** (Anzeige > Standardbedienfeld) oder durch Klicken auf der Schaltfläche **„Default Panel Tabset“** auf der Symbolleiste geöffnet.



   Wenn Chromeleon Xpress installiert ist, wird beim Starten der Anwendung das Bedienfeld automatisch angezeigt.

5. Zur Anzeige des ICS-900-Steuerfeldes wählen Sie die Registerkarte mit dem Zeitbasisnamen von ICS-900 aus (siehe Abbildung 3-2).

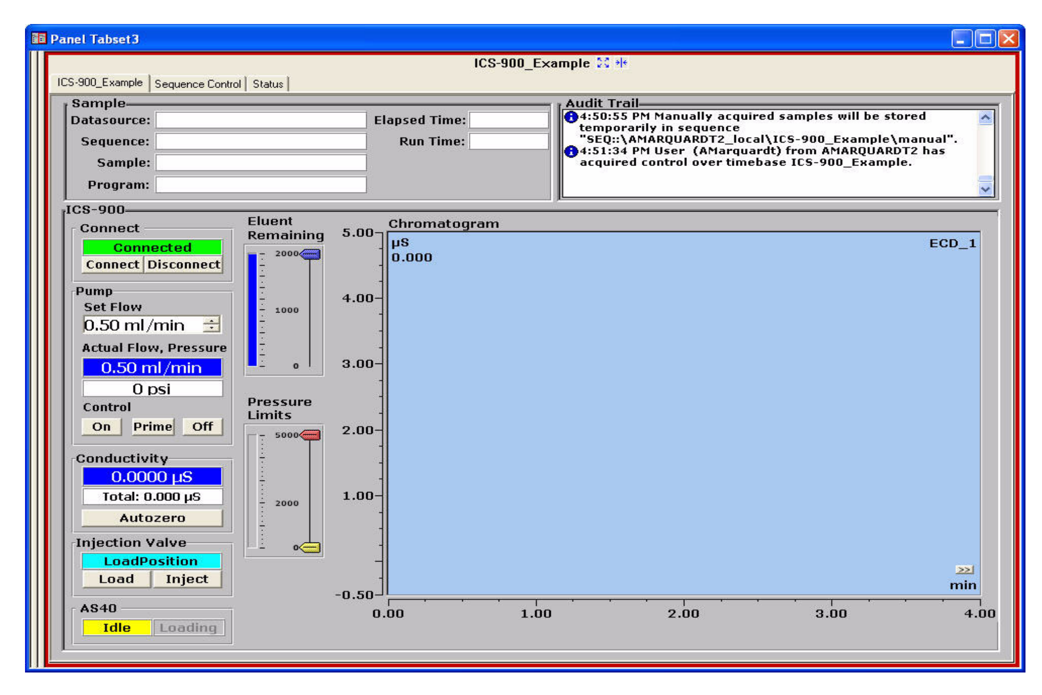


Abbildung 3-2. ICS-900-Steuerfeld auf dem Bedienfeld

3.4 Vorbereiten des Elutionsmittels

1. Bereiten Sie das Elutionsmittel vor. Weitere Informationen dazu finden Sie in der Anleitung für die Säulen. Säulenanleitungen befinden sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N053891).
2. Füllen Sie den vorbereiteten Eluenten in den Eluentenbehälter, führen Sie den Stopfen mit der Leitung in den Behälter ein, und drehen Sie die Kappe handfest auf den Behälter.

Einstellen des Eluentenfüllstandes

Verschieben Sie nach dem Füllen des Behälters den Regler **„Eluent Remaining“** (Restliche Eluentenmenge) auf dem ICS-900-Steuerfeld (siehe Abbildung 3-3), sodass der Flüssigkeitsstand im Behälter eingestellt ist.

Das ICS-900 ermittelt den Verbrauch an Elutionsmittel anhand der überwachten Flussrate und der Einschaltdauer der Pumpe. Bei Verbrauch von Elutionsmittel wird der Schieber **„Eluent Remaining“** (Restliche Eluentenmenge) und die angezeigte Menge vom ICS-900 automatisch aktualisiert. Wenn der Füllstand unter 200 mL fällt, wird im Verlaufsprotokoll („Audit Trail“) eine Warnung angezeigt. Eine weitere Warnung wird bei unter 100 mL angezeigt.



Damit der Füllstand des Elutionsmittels korrekt angezeigt wird, muss der Füllstand bei jedem Auffüllen des Behälters neu eingestellt werden.

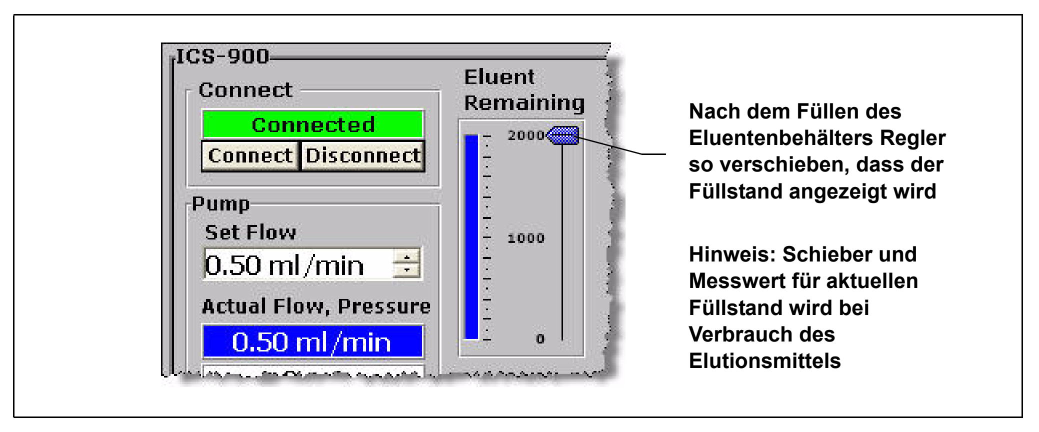


Abbildung 3-3. Einstellen des Eluentenfüllstandes

3.5 Vorbereiten des Regeneriermittels

Das passende Regeneriermittel für das ICS-900 hängt von der Art der vorgesehenen Analyse ab. Für eine Anionenanalyse wird als Regenerent verdünnte Schwefelsäure verwendet, bei einer Kationenanalyse wird Tetrabutylammonium-Hydroxid (TBAOH) verwendet. Führen Sie die unten beschriebenen Schritte aus, um das anionische bzw. das kationische Regeneriermittel vorzubereiten.

Verwenden Sie zur Vorbereitung des Regeneriermittels gefiltertes und entionisiertes Wasser vom ASTM Typ I (18 Megohm/cm).

1. Prüfen Sie, ob Sie den korrekten Regenerentenbehältersatz verwenden (P/N 068222 für Anionenanalyse, P/N 068223 für Kationenanalyse):
    - Für Anionen muss die Kappe die Aufschrift **„ANION“** und die zum Behälterboden führende Leitung die Aufschrift **„REGEN BOTTLE OUT“** tragen.
    - Für Kationen muss die Kappe die Aufschrift **„CATION“** tragen, und die Leitung mit der Aufschrift **„REGEN BOTTLE OUT“** darf nur 1 cm in den Behälter ragen.
2. Spülen Sie den Regenerentenbehälter mit entionisiertem Wasser aus.
3. Füllen Sie den Behälter ungefähr zur Hälfte mit entionisiertem Wasser.
4. Ermitteln Sie die für die Anwendung erforderliche Regenerentenkonzentration. Verwenden Sie zum Abschätzen der erforderlichen Regenerentenkonzentration für eine bestimmte Eluentenstärke folgende Formeln:

    Konzentration des anionischen Regenerenten = (mmol Eluent) × 2

    Konzentration des kationischen Regenerenten = (mmol Eluent) × 5

    Beispiel: Wenn Sie 20 mmol Methansulfonsäure (MSA) als Eluent für eine Kationenanalyse verwenden, ist eine Regenerentenkonzentration von 100 mmol Tetrabutylammonium-Hydroxid (TBAOH) erforderlich.

    Weitere Informationen dazu finden Sie in der DCR (Displacement Chemical Regeneration) Kit-Installationsanleitung und in der Suppressoranleitung.
5. Füllen Sie den Behälter mit der erforderlichen Menge an Konzentrat (Schwefelsäure für Anionen, TBAOH für Kationen).



For acid concentrates (such as the anion regenerant), always pour the concentrate into deionized water, not into the empty bottle.



Pour les concentrés acides (comme le régénérant anionique), versez toujours le concentré dans de l'eau désionisée et non dans le réservoir vide.



Gießen Sie bei säurehaltigen Konzentraten (beispielsweise den Anionregenerenten) das Konzentrat immer in entionisiertes Wasser und nicht in den leeren Behälter.

6. Füllen Sie den Behälter fast vollständig mit entionisiertem Wasser auf, und setzen Sie den Behälter in die entsprechende Vertiefung oben auf dem ICS-900 ein.

   HINWEIS **Um eine Verfärbung des ICS-900 zu vermeiden, darf kein TBAOH auf das Instrument verschüttet werden.**

7. Gießen Sie mit der Konzentratflasche zusätzlich entionisiertes Wasser in den Behälter, bis dieser vollständig gefüllt ist. Wenn ein paar Tropfen übertreten, ist der Behälter ausreichend gefüllt.

WICHTIG **Der Regenerentenbehälter muss stets bis zum oberen Rand gefüllt sein.**

8. Führen Sie den Stopfen mit der Leitung in den Behälter ein, und drehen Sie die Kappe handfest zu.
9. Drehen Sie den Behälter drei- oder viermal auf den Kopf, damit sich das Konzentrat gleichmäßig verteilt.

WICHTIG **Nach Beginn der Analyse dürfen die Inhalte des Regenerentenbehälters nicht mehr vermischt werden.**

10. Überprüfen Sie, ob die Flüssigkeitsleitungen von „**ELUENT**“- und „**REGEN**“-Behälter mit den richtigen Leitungen des ICS-900 verbunden sind (siehe Abbildung 3-4).

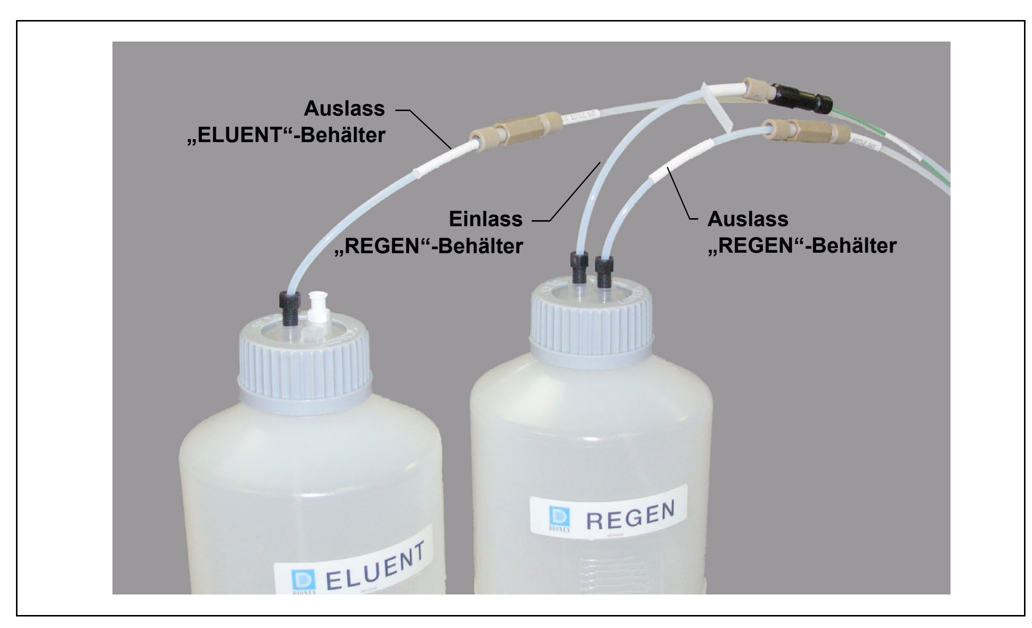


Abbildung 3-4. Anschlüsse der Flüssigkeitsleitungen von Eluenten- und Regenerentenbehälter

3.6 Spülen der Pumpe

Die Pumpe muss immer dann gespült werden, wenn der Eluent gewechselt wurde, die Eluentenleitung Luft enthält oder die Pumpenköpfe trocken sind (z. B. nach einer Auswechslung).

HINWEIS **Wenn die Eluentenleitung leer ist oder die Pumpenköpfe vollständig trocken sind, können Sie zum Spülen der Pumpe eine 10 cc-Spritze (P/N 054578) verwenden (siehe** **Seite 39****).**

1. Überprüfen Sie, ob **„ELUENT“**- und **„REGEN“**-Behälter gefüllt sind, die Behälterkappen korrekt aufgesetzt und handfest zugedreht sind, und die Flüssigkeitsleitungen mit den Behältern verbunden sind.
2. Stellen Sie sicher, dass die Abflussleitungen direkt mit dem Abfallbehälter verbunden sind.

3. Öffnen Sie das Abflussventil am sekundären (linken) Pumpenkopf, indem Sie den Knopf eine halbe Umdrehungen entgegen dem Uhrzeigersinn drehen (siehe Abbildung 3-5). Durch Öffnen des Ventils wird der Eluent in den Abfluss geleitet und der Gegendruck beseitigt.

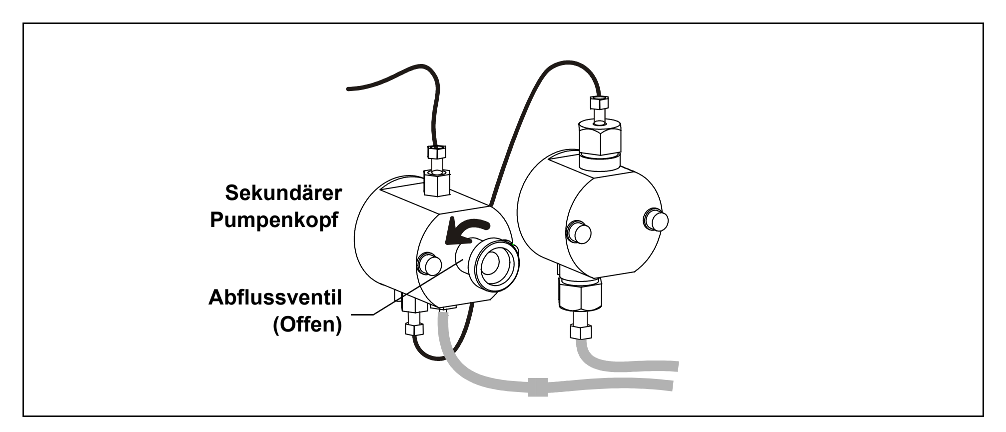


Abbildung 3-5. Spülen der Pumpe

4. Klicken Sie auf dem ICS-900-Steuerfeld auf **„Prime“** (Spülen) (siehe Abbildung 3-2), oder öffnen Sie durch Drücken von **F8** das Dialogfeld „Commands“ (Befehle), wählen Sie hier den Befehl **„Pump“** (Pumpe) aus und dann die Option **„Prime“** (Spülen). Die Pumpe beginnt daraufhin mit ungefähr 3 mL/min zu arbeiten.
5. Setzen Sie das Vorfüllen des ICS-900 fort, bis in der Pumpenabflussleitung keine Luftblasen mehr zu sehen sind.
6. Klicken Sie dann auf **„Pump“** und **„Off“**.
7. Schließen Sie das Abflussventil. **Drehen Sie das Ventil nicht zu fest zu.** Die Pumpe ist jetzt betriebsbereit.

HINWEIS **Um auf effiziente Weise zu überprüfen, ob das Abflussventil geschlossen ist, wählen Sie die für ihre Anwendung passende Pumpenflussrate aus, schalten Sie die Pumpe ein, und schließen Sie das Ventil. Der Druck sollte auf den für die Anwendung erwarteten Wert ansteigen und sich stabilisieren.**

Spülen der Eluentenleitung mit einer Injektionsspritze (optional)

Wenn die Eluentenleitung leer oder die Pumpenköpfe trocken sind, können Sie zum Spülen eine Injektionsspritze verwenden.

1. Prüfen Sie, ob die Pumpe ausgeschaltet ist.
2. Trennen Sie die Abflussleitung vom Luer-Anschlussstück auf dem sekundären (linken) Pumpenkopf, und schließen Sie eine 10 mL-Injektionsspritze (P/N 054578) an das Luer-Stück an (siehe Abbildung 3-6).

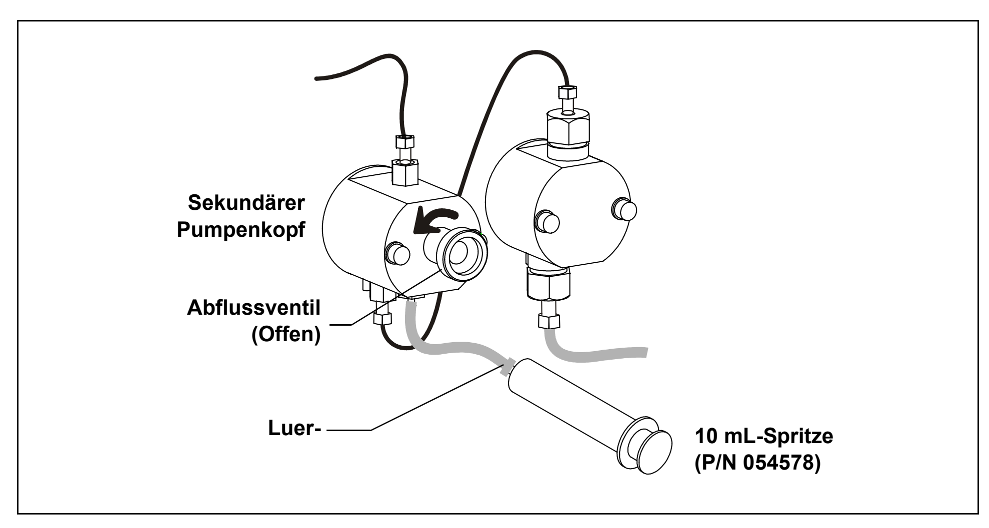


Abbildung 3-6. Spülen der Eluentenleitungen

3. Öffnen Sie das Abflussventil, indem Sie es eine halbe Umdrehungen entgegen dem Uhrzeigersinn drehen.
4. Ziehen Sie die Injektionsspritze aus, um mit dem Entfernen der Luft aus dem Flussweg zu beginnen.

HINWEIS **Wenn die Leitung bereits Flüssigkeit enthält, lässt sich der Spritzenkolben nur schwer herausziehen. Verwenden Sie in diesem Fall zum Spülen nur den „Prime"-Befehl (siehe Abschnitt 3.6).**

5. Wenn eine kleine Menge Flüssigkeit in die Spritze gelangt ist, entfernen Sie die Spritze wieder vom Luer-Anschlussstück und schließen die Abflussleitung an das Luer-Stück an.

6. Führen Sie die Schritte in Abschnitt 3.6 aus, um das Spülen abzuschließen.

3.7 Herstellen des Systemgleichgewichts

1. Schalten Sie die Pumpe ein, und betreiben Sie diese mit der für die Säule empfohlenen Flussrate.
2. Warten Sie, bis sich das System im Gleichgewicht befindet. Auf dem ICS-900-Steuerfeld wird die Hintergrundleitfähigkeit angezeigt (Leitfähigkeit des Eluenten ohne den durch den Autozero-Befehl ausgeführten Offset).
3. Stellen Sie den Offset für den Hintergrund und den Nullpunkt für die Leitfähigkeitsanzeige ein, indem Sie auf dem ICS-900-Steuerfeld auf die Schaltfläche **„Autozero“** klicken.
4. Überwachen Sie den Systemdruck, um sicherzustellen, dass der für die installierte Säule erwartete Druck (siehe Säulenanleitung) herrscht und auch stabil ist. In den Säulenanleitungen sind die Druckspezifikationen für Systeme aufgeführt, die keine Vorsäulen enthalten. Für das mit Vorsäule ausgestattete ICS-900 ist ein Systemdruck erforderlich, der 15–20 % höher liegt, als in der Säulenspezifikation angegeben.
   - Wenn der Druck geringer als erwartet ist, kann Luft im System sein. Lassen Sie die Luft entweichen, indem Sie kurzzeitig das Pumpenanschlussstück (**P**) vom Injektionsventil abschrauben. Warten Sie bis die Luft entwichen ist, und schließen Sie das Anschlussstück wieder an.
   - Ein zu hoher Druck kann durch eine Verengung in den Systemleitungen entstehen. In Abschnitt 4.7 finden Sie entsprechende Informationen zur Problembehandlung.
5. Prüfen Sie den Regenerentenbehälter auf mögliche Lecks.
6. Überprüfen Sie, ob die Flüssigkeit ungehindert über die Abflussleitung **„REGEN OUT“** aus dem Suppressor abfließt.
7. Überwachen Sie die Leitfähigkeit der Basislinie. Im Allgemeinen sollten für eine Anionenanalyse <30 µS eingestellt sein und für eine Kationenanalyse <2 µS. Die Gleichgewichtszeit variiert, so dass mitunter einige Zeit bis zum Erreichen des erforderlichen Wertes benötigt wird.

   Wenn die Leitfähigkeit zu hoch ist, finden Sie in Abschnitt 4.12 entsprechende Informationen zur Problembehandlung. Bei einem Driften der Basislinie oder bei zu starkem „Rauschen“ (große Schwankungen in den Messwerten) finden Sie in Abschnitt 4.13 weitere Informationen.

3.8 Überprüfen des Betriebsstatus

Nachdem das System den Gleichgewichtszustand erreicht hat, muss der tatsächliche Pumpendruck und dessen Stabilität durch Überwachung des Pumpendrucks geprüft werden. Beobachten Sie die kurzzeitigen Druckschwankungen – diese dürfen nicht mehr als 0,13 MPa (20 psi) betragen. Wenn die Druckschwankungen diesen Wert übersteigen, muss die Pumpe gespült werden (siehe Abschnitt 3.6).

3.9 Konfigurieren des Standby-Modus

Sie können das ICS-900 so konfigurieren, dass nach einer bestimmten Zeit der Inaktivität (keine Datenerfassung und keine Eingaben in Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress) das System in den Standby-Modus wechselt. Im Standby-Modus arbeitet die Pumpe mit einer geringeren Flussrate.

So konfigurieren Sie den Standby-Modus:

1. Starten Sie das Serverkonfigurationsprogramm von Chromeleon. Klicken Sie dazu in der Windows-Taskleiste auf **„Start“**, und wählen Sie **„Alle Programme“** (oder **„Programme“**) **> „Chromeleon“ > „Server Configuration“**.
2. Klicken Sie in der Zeitbasis mit der rechten Maustaste auf das ICS-900-Gerät, und wählen Sie **„Properties“** (Eigenschaften) aus.

3. Klicken Sie auf **„Options“** (Optionen) (siehe Abbildung 3-7).

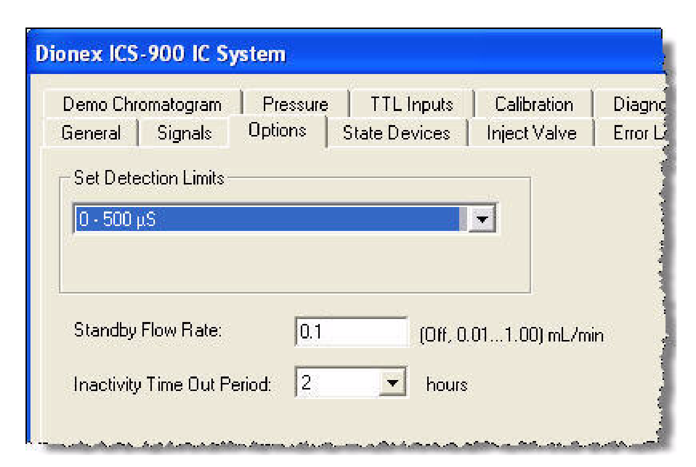


Abbildung 3-7. Dialogfeld für ICS-900-Eigenschaften: Registerkarte „Options“

4. Geben Sie unter **„Standby Flow Rate“** die gewünschte Standby-Flussrate ein, und wählen Sie unter **„Inactivity Time Out Period“** die Dauer der Inaktivität aus. Wenn Sie (**0, Off**) auswählen, wird das ICS-900 bei Leerlauf nicht in den Standby-Modus wechseln.

Um den Standby-Modus zu unterbrechen und die Pumpe wieder mit normaler Flussrate zu betreiben, schalten Sie entweder die Pumpe über das Steuerfeld des ICS-900 ein, oder Sie starten eine neue Sequenz.

3.10 Vorbereiten der Proben

HINWEIS Die Proben können vorbereitet werden, während im System das Gleichgewicht hergestellt wird.

3.10.1 Sammeln und Aufbewahren

Sammeln Sie die Proben in hochdichten Polyethylengefäßen, die vorher sorgfältig mit gefiltertem und entionisiertem Wasser des ASTM Typ I (18 Megohm/cm) gereinigt wurden. Reinigen Sie die Gefäße nicht mit starken Säuren oder Reinigungsmitteln, um Spuren von Ionen an den Gefäßwänden zu vermeiden. Diese würden die Analyse verfälschen.

Wenn die Proben nicht am Tag der Erfassung analysiert werden, filtern Sie diese direkt nach der Entnahme mit sauberen 0,45-µm-Filtern. Andernfalls könnten in den Proben befindliche Bakterien nach gewisser Zeit zu einer veränderten Ionenkonzentration führen. Durch Kühlung bei 4 °C kann das Wachstum der Bakterien eingedämmt, aber nicht gestoppt werden.

Führen Sie bei Proben, die Nitrite oder Sulfite enthalten, die Analyse so schnell wie möglich durch. Nitrite oxydieren zu Nitraten und Sulfite zu Sulfaten, wobei sich die gemessene Konzentration dieser Ionen in der Probe erhöht. Im Allgemeinen können Proben, die keine Nitrite oder Sulfite enthalten, mindestens eine Woche kühl gelagert werden, ohne dass eine signifikante Änderung der Anionenkonzentration zu verzeichnen ist.

3.10.2 Vorbehandeln

Regenwasser, Trinkwasser und Waschlösungen mit Feinstaubpartikeln können direkt ohne Probenvorbehandlung analysiert werden (mit Ausnahme von Filterung und möglicherweise Verdünnung).

Filtern Sie Grundwasser- und Abwasserproben vor der Injektion durch einen 0,45-µm-Filter, es sei denn die Proben wurden bereits nach der Entnahme gefiltert.

Zum Entfernen von Partikeln ab 0,45 Micron bietet Dionex Hochdruck-Inlinefilter (P/N 044105) an. Installieren Sie den Inlinefilter zwischen dem Auslass des Autosamplers und dem Probeneinlassport auf dem Injektionsventil. Weitere Informationen dazu finden Sie in der gedruckten Installationsanleitung zum Inlinefilter.

Führen Sie Proben, die hohe Konzentrationen von störenden Substanzen enthalten können, vor der Injektion durch eine Dionex OnGuard™-Kartusche. Eine Anleitung dazu finden Sie im *Installation and Troubleshooting Guide for OnGuard Cartridges* (Dokument Nr. 032943). Die Anleitung befindet sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N053891).

3.10.3 Verdünnen

Da die Konzentrationen von ionischen Spezies in verschiedenen Proben mitunter stark variieren, kann kein einzelner Verdünnungsfaktor für alle Proben eines Typs empfohlen werden. In einigen Fällen, beispielsweise bei vielen Wasserproben, sind die Konzentrationen so gering, dass keine Verdünnung erforderlich ist.

Verwenden Sie zur Verdünnung einer Probe gefiltertes und entionisiertes Wasser vom ASTM Typ I (18 Megohm/cm). Bei Verwendung von Carbonat-Eluenten minimiert die Verdünnung mit Elutionsmittel die Effekte von Injektionspeaks (Water Dip) am Anfang des Chromatogramms. Wenn Sie die Probe mit Elutionsmittel verdünnen, sollten Sie zum Vorbereiten der Kalibriernormale Elutionsmittel derselben Charge verwenden. Das ist besonders wichtig für Fluoride und Chloride, die nahe dem Injektionspeak (Water Dip) eluieren.

Um die Genauigkeit bei der Bestimmung von frühen Elutionspeaks, wie Fluoriden, bei Konzentrationen unter 50 ppb zu verbessern, sollten Standards im Eluent verdünnt werden, oder versehen Sie die Proben mit konzentriertem Elutionsmittel, um Injektionspeaks (Water Dip) zu minimieren. Beispiel: Versetzen Sie eine 100-mL-Probe mit 1,0 mL eines 100fach konzentrierten Elutionsmittels.

3.11 Verarbeiten von Proben

3.11.1 Überblick

Proben können manuell (eine nach der anderen) verarbeitet werden, oder die Proben können zusammengefasst und automatisch im Stapel verarbeitet werden. Abbildung 3-8 zeigt die typischen Schritte für die manuelle und die Stapelverarbeitung von Proben.

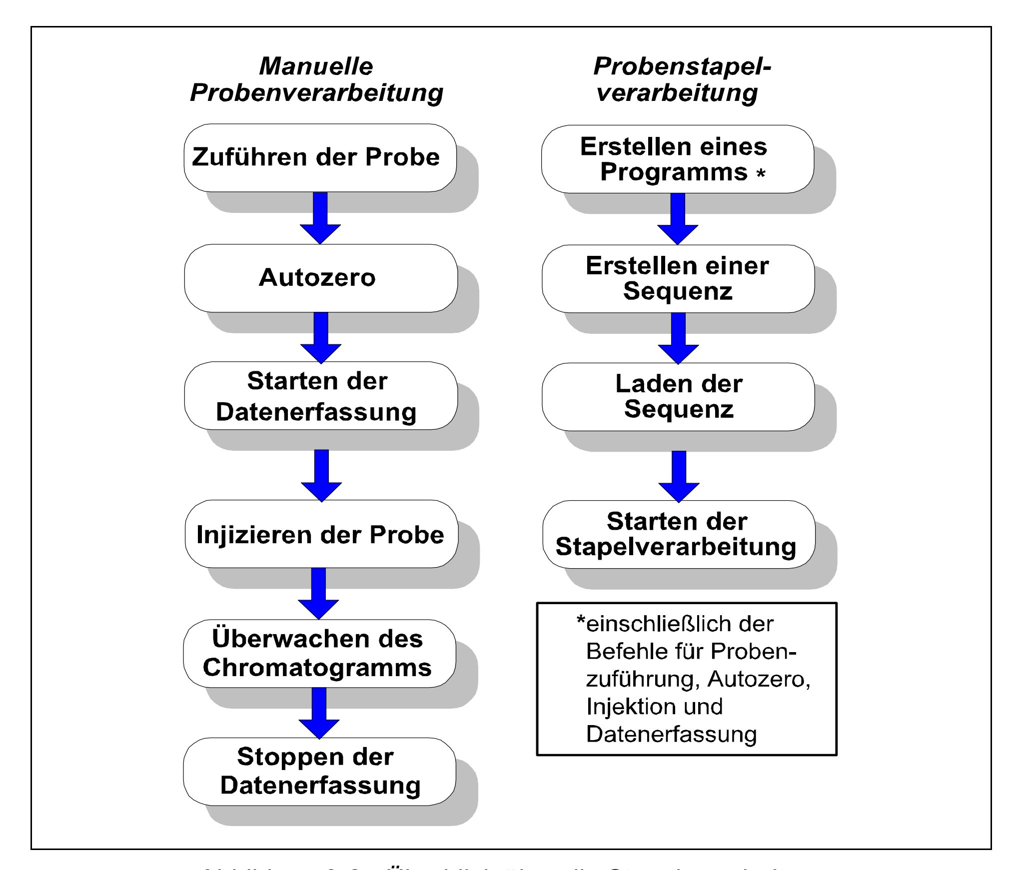


Abbildung 3-8. Überblick über die Stapelverarbeitung

3.11.2 Manuelle Verarbeitung von Proben

Für die manuelle Verarbeitung von Proben wählen Sie über das Bedienfeld von Chromeleon oder Chromeleon Xpress die passenden Betriebsparameter und Befehle aus. Befehle werden sofort nach der Eingabe ausgeführt.

Zusammenfassung der manuellen Probenverarbeitung

1. Führen Sie die in Abschnitt 3.2 bis Abschnitt 3.10 beschriebenen Schritte aus, um das ICS-900 für den Betrieb und die Probe für die Verarbeitung vorzubereiten.
2. Führen Sie die Probe mit einem Autosampler (siehe Abschnitt 3.11.4) oder mit einer Injektionsspritze (siehe Abschnitt 3.11.5) der Probenschleife des Injektionsventils zu.
3. Klicken Sie auf dem ICS-900-Steuerfeld auf die Schaltfläche **„Autozero“**.
4. Klicken Sie auf der Registerkarte **„Sequence Control“** (Sequenzsteuerung) auf die Schaltfläche **„Acq On“** (Erfassen ein), oder klicken Sie auf der Chromeleon-Symbolleiste auf die Schaltfläche **„Acquisition On/Off“** (Erfassen ein/aus).
5. Schalten Sie das Injektionsventil in die Injektionsstellung. Die zum Schalten des Injektionsventils verwendete Methode hängt davon ab, ob ein Autosampler (siehe Abschnitt 3.11.4) oder eine Injektionsspritze (siehe Abschnitt 3.11.5) verwendet wird.
6. Auf dem ICS-900-Steuerfeld wird der Signalplot angezeigt (siehe Abbildung 3-9). Überwachen Sie das Chromatogramm. Wenn die Probendaten erfasst wurden, klicken Sie auf der Registerkarte **„Sequence Control“** (Sequenzsteuerung) auf die Schaltfläche **„Acq Off“** (Erfassen aus), oder klicken Sie auf der Chromeleon-

Symbolleiste auf die Schaltfläche **„Acquisition On/Off“** (Erfassen ein/aus).

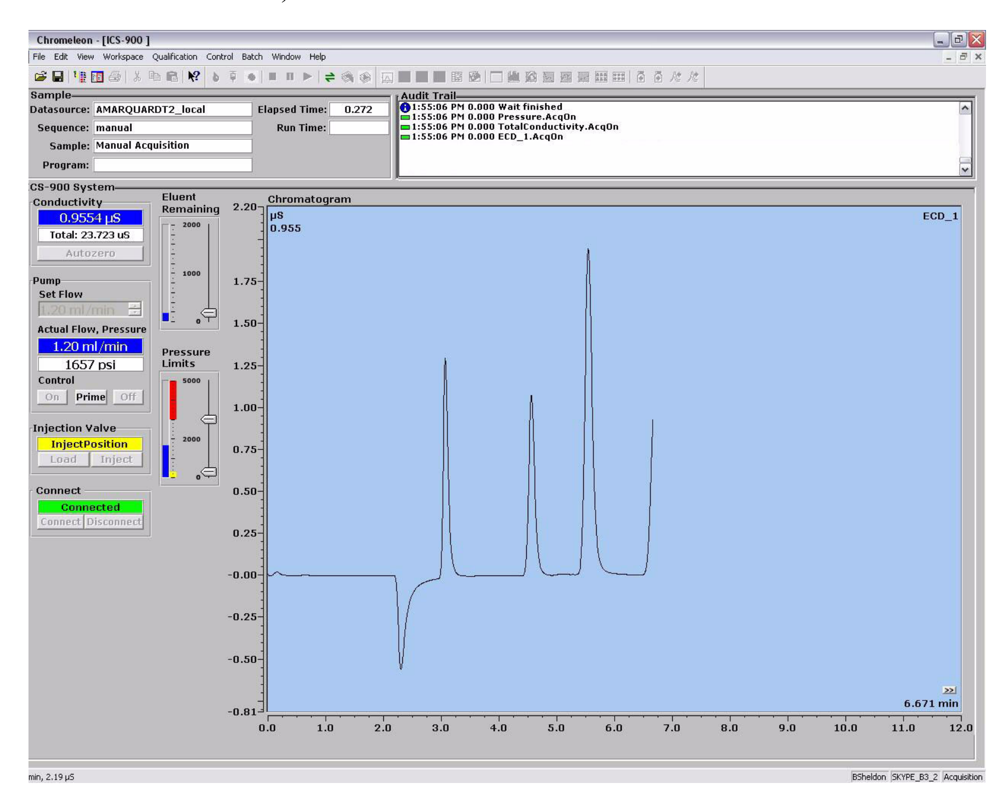


Abbildung 3-9. Manuelle Datenerfassung

Speichern manueller Daten

HINWEIS Mit Chromeleon Xpress können Daten nicht gespeichert werden.

Bei Verwendung von Chromeleon werden die Daten der manuellen Verarbeitung in der lokalen Datenquelle im Zeitbasisordner als manuelle Sequenz (**„manual“**) gespeichert.

So speichern Sie Daten bei manueller Verarbeitung:

1. Wählen Sie zuerst den Ordner **„manual“** aus und danach **„File“ > „Save As“** (Datei > Speichern untern).

2. Geben Sie den neuen Namen für die Sequenz ein.
3. Aktivieren Sie das Kontrollkästchen **„Save raw data“** (Rohdaten speichern).
4. Klicken Sie auf **„Save“** (Speichern).

3.11.3 Automatische Verarbeitung von Proben (Stapelverarbeitung)

Mit Chromeleon oder Chromeleon Xpress können Sie eine Liste der Proben (die Sequenz) erstellen, die automatisch verarbeitet werden sollen. Für jede Probe enthält die Sequenz folgende Informationen:

- Ein Programm mit Befehlen und Parametern zur Steuerung des ICS-900, des Autosamplers (falls installiert) und zur Erfassung der Probendaten.
- Eine Quantifizierungsmethode für Peakerkennung und Peakflächenbestimmung. Bei Chromeleon Xpress werden Quantifizierungsmethoden nicht berücksichtigt.
- Weitere Parameter zur Probenverarbeitung (Probenname, Probentyp, Injektionsvolumen usw.).

Nach dem Erstellen der Sequenz können Sie die Stapelverarbeitung starten.

Zusammenfassung der automatischen Probenverarbeitung

1. Führen Sie die in Abschnitt 3.2 bis Abschnitt 3.10 beschriebenen Schritte aus, um das ICS-900 für den Betrieb und die Proben für die Verarbeitung vorzubereiten.
2. Wenn ein Autosampler installiert ist, bereiten Sie die Probenfläschchen vor, füllen Sie diese, und platzieren Sie sie im Einsatz oder in der Kassette des Autosamplers. Weitere Informationen dazu finden Sie in der Anleitung zum Autosampler. Autosampleranleitungen befinden sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N 053891).
3. Wenn kein Autosampler installiert ist, führen Sie die Probe über den Probenport auf der Vorderseite des ICS-900 der Probenschleife des Injektionsventils zu (siehe Abschnitt 3.11.5).

4. Verwenden Sie den Softwareassistenten, um das Programm und die Quantifizierungsmethode anzugeben sowie eine Sequenz zu erstellen:

   a. Klicken Sie auf der Registerkarte **„Sequence Control“** (Sequenzsteuerung) auf **„Application Wizard“** (Anwendungsassistent).

   b. Wählen Sie in der Liste eine Anwendungsvorlage aus. (siehe

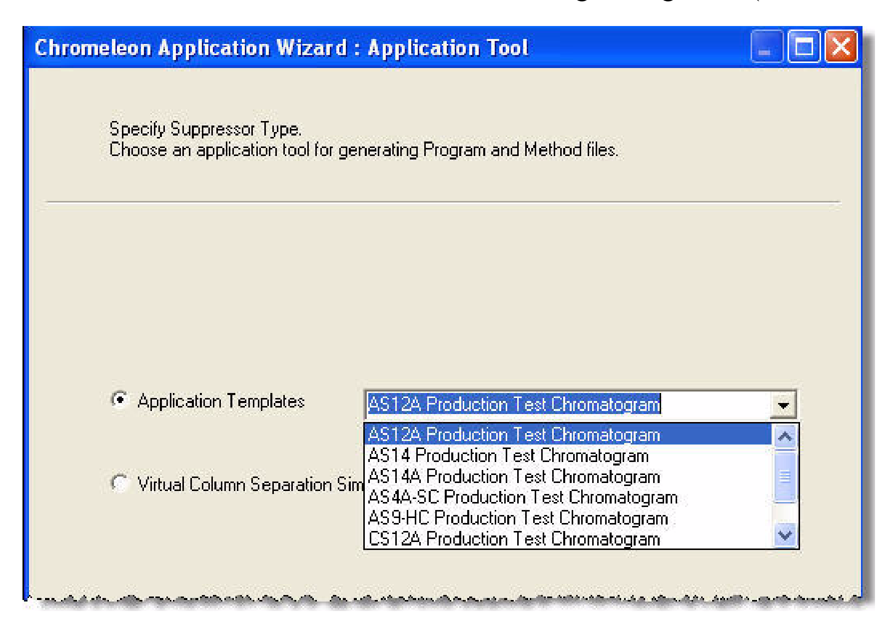


Abbildung 3-10. Application Wizard (Anwendungsassistent)

   Abbildung 3-10).

   c. Klicken Sie auf **„Next“** > (Weiter), und wählen Sie die Option **„in a new sequence via Sequence Wizard“** (in einer neuen Sequenz via Sequenzassistent) aus.

   d. Klicken Sie auf **„Next“** > (Weiter), um zum „Sequence Wizard“ (Sequenzassistent) zu gelangen.

   e. Führen Sie die Schritte im Sequenzassistenten aus, indem Sie der Liste die gewünschte Anzahl von Proben und Standards hinzufügen. Weitere Unterstützung erhalten Sie durch Klicken auf die Schaltfläche **„Help“** (Hilfe) auf der „Sequence Wizard“-Seite.

Nach dem Klicken auf **„Finish“** (Beenden) wird eine Sequenz erstellt und ein zur ausgewählten Anwendung passendes Programm in die Sequenz kopiert. Wenn Sie Chromeleon verwenden, wird außerdem eine Quantifizierungsmethode kopiert.

5. Laden Sie die Sequenz, und starten Sie die Stapelverarbeitung:

   a. Klicken Sie auf der Registerkarte **„Sequence Control“** (Sequenzsteuerung) auf **„Load Sequence“** (Sequenz zuführen).

   b. Wählen Sie die in Schritt 4 erstellt Sequenz aus, und klicken Sie auf **„Open“** (Öffnen).

   c. Klicken Sie auf **„Start Batch“** (Stapelverarbeitung starten).

3.11.4 Zuführen und Injizieren von Proben mit einem Autosampler

1. Überprüfen Sie, ob die Auslassleitung des Autosamplers korrekt an den Port **S (5)** auf dem Injektionsventil angeschlossen ist. Verlegen Sie die Abflussleitung des Injektionsventils wie für das installierte Autosampler-Modell angegeben.

   Weitere Informationen zum Anschließen eines Autosamplers finden Sie in der *Installationsanleitung zum ICS-900* (Dokument Nr. 065214). Die Anleitung wird auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N 053891) und im Liefersatz des ICS-900 (P/N 067768) bereitgestellt.

2. Bereiten Sie die Probenfläschchen vor, füllen Sie diese, und platzieren Sie sie im Einsatz oder in der Kassette des Autosamplers. Weitere Informationen dazu finden Sie in der Bedienungsanleitung zum Autosampler. Autosampleranleitungen befinden sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N 053891).

3. Verwenden Sie eine der folgenden Methoden, um die Probe der Probenschleife des Injektionsventils zuzuführen und auf der Säule zu injizieren:

   - Automatisch: Fügen Sie die Befehle „Load“ (Zuführen) und „Inject“ (Injizieren) in ein Chromeleon- oder Chromeleon Xpress-Programm ein. Beispiele finden Sie in Abschnitt 3.11.6. In Abschnitt 3.11.3 finden Sie weitere Informationen zur automatischen Verarbeitung von Proben.

- Manuell mit einem AS40: Starten Sie den AS40-Ladezyklus (entweder manuell oder über ein Schaltrelais). Wenn der AS40-Ladezyklus beendet ist, klicken Sie auf dem ICS-900-Steuerfeld auf die Schaltfläche **„Inject“** (Injizieren) (siehe Abbildung 3-11). In Abschnitt 3.11.2 finden Sie weitere Informationen zur manuellen Verarbeitung von Proben.



Abbildung 3-11. Schaltflächen auf dem ICS-900-Steuerfeld zum Zuführen und Injizieren

- Manuell mit einem AS: Klicken Sie auf der Chromeleon-Symbolleiste auf das Symbol **„Inject“** (Injizieren), oder wählen Sie **„Control“ > „Inject“** (Steuerung > Injizieren). Geben Sie im Dialogfeld **„Inject“** (Injizieren) die Stellung (**„Position“**) und die Menge (**„Volume“**) ein, und klicken Sie danach auf **„OK“**.

Einstellungshinweise zum Autosampler

Prüfen Sie mit Hilfe der unten beschriebenen Schritte, ob das Injektionsventil des ICS-900 vom gewünschten Gerät gesteuert wird.

1. Öffnen Sie das Serverkonfigurationsprogramm von Chromeleon.
2. Öffnen Sie das Dialogfeld mit den ICS-900-Eigenschaften, und klicken Sie auf die Registerkarte **„Inject Valve“** (Injektionsventil).
3. Aktivieren Sie unter **„Controlled by“** (Gesteuert durch) das Kontrollkästchen für das ausgewählte „Pump_InjectValve“-Gerät:
   - Prüfen Sie bei einem AS, dass auch **„AS“** angezeigt wird (siehe Abbildung 3-12).

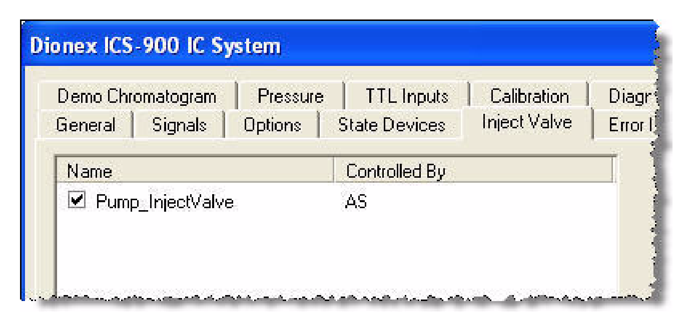


Abbildung 3-12. ICS-900-Eigenschaften: Injektionsventil wird durch AS gesteuert

   - Prüfen Sie, dass bei einem AS40 als Gerät **„ICS-900“** angezeigt wird (siehe Abbildung 3-13).

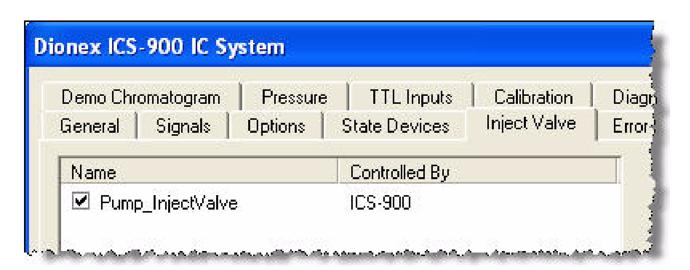


Abbildung 3-13. ICS-900-Eigenschaften: Injektionsventil wird durch ICS-900 gesteuert

4. Wenn Sie das Steuerungsgerät ändern möchten, wählen Sie den Namen **„Pump_InjectValve“** aus und drücken danach die Taste **F2**. Wählen Sie im Dialogfeld „Device Configuration“

(Gerätekonfiguration) in der Liste **„Controlled By“** (Gesteuert durch) das passende Gerät aus. Klicken Sie auf **„OK“**.

Prüfen Sie bei einem AS40 außerdem, ob die Relaisverbindung vom AS40-Laderelais zum ICS-900-Relaisausgang **„RELAY OUT 1“** besteht. Weitere Informationen zum Herstellen dieser Verbindung finden Sie in Abschnitt C.5.

3.11.5 Zuführen und Injizieren von Proben mit einer Injektionsspritze

In diesem Abschnitt werden die beiden folgenden Methoden zum Zuführen von Proben in die Probenschleife des Injektionsventils mithilfe einer Injektionsspritze beschrieben:

- Zuführen der Probe mit einer Injektionsspritze über den Probenport auf der Vorderseite des ICS-900 (Push-Methode)
- Zuführen der Probe mit einer vakuumgefüllten Injektionsspritze über den Probenport auf der Vorderseite des ICS-900 (Pull-Methode)

HINWEIS Informationen zum Zuführen und Injizieren von Proben mit einem Autosampler finden Sie in Abschnitt 3.11.4.

Zuführen von Proben mit einer Injektionsspritze (Push-Methode)

1. Überprüfen Sie, ob der Probenport auf der Vorderseite des ICS-900 korrekt an den Probenport **S (5)** auf dem Injektionsventil angeschlossen ist (siehe Abbildung 3-14).
2. Füllen Sie eine Injektionsspritze mit einem Kalibriernormal oder einer Kalibrierprobe.
3. Führen Sie die Injektionsspritze in den Probenport auf der Vorderseite des ICS-900 ein.
4. Überprüfen Sie, ob das Injektionsventil in der Ladeposition ist. Wenn es nicht in dieser Stellung ist, klicken Sie auf dem ICS-900-Steuerfeld auf die Schaltfläche **Load** (Zuführen) (siehe Abbildung 3-11).
5. Überfüllen Sie die Probenschleife mit der fünffachen Volumenmenge der Probenschleife. Denken Sie daran, dass zuerst die Leitung von der Injektionsspritze zum Injektionsventil gefüllt werden muss, bevor die

Probenschleife gefüllt werden kann. Überflüssiges Probenmaterial wird über die Abflussleitung des Injektionsventils abgeführt.

6. Belassen Sie das Injektionsventil im Port. Dadurch wird verhindert, dass Probenmaterial noch vor der Injektion aus der Schleife austritt.

7. Injizieren Sie mit einer der beiden folgenden Methoden die Probe auf die Säule:

   - Manuell: Klicken Sie auf dem ICS-900-Steuerfeld auf die Schaltfläche **„Inject“** (Injizieren). In Abschnitt 3.11.2 finden Sie weitere Informationen zur manuellen Verarbeitung von Proben.

   - Automatisch: Fügen Sie den Befehl **„Inject“** (Injizieren) in ein Chromeleon- oder Chromeleon Xpress-Programm ein. Beispiele finden Sie in Abschnitt 3.11.6. In Abschnitt 3.11.3 finden Sie weitere Informationen zur automatischen Verarbeitung von Proben.

Zuführen von Proben mit einer vakuumgefüllten Injektionsspritze (Pull-Methode)

1. Überprüfen Sie, ob der Probenport auf der Vorderseite des ICS-900 korrekt an den Probenport **S (5)** auf dem Injektionsventil angeschlossen ist (siehe Abbildung 3-14).
2. Trennen Sie die Abflussleitung vom Port **W (6)** auf dem Injektionsventil, und schließen Sie eine kürzere Leitung an: 25–30 cm langes PEEK- oder Teflon®-Kapillar (siehe Abbildung 3-14).
3. Platzieren Sie das freie Ende der Leitung in der Probe.
4. Überprüfen Sie, ob das Injektionsventil in der Ladeposition ist. Wenn es nicht in dieser Stellung ist, klicken Sie auf dem ICS-900-Steuerfeld auf die Schaltfläche **„Load“** (Zuführen) (siehe Abbildung 3-11).
5. Führen Sie eine Injektionsspritze in den Probenport auf der Vorderseite ein, und ziehen Sie den Kolben heraus, sodass Probenmaterial in das Injektionsventil gesogen wird. Saugen Sie auf diese Weise mindestens das Fünffache der Volumenmenge der Probenschleife heraus. Denken Sie daran, dass zuerst die Leitung von der Probe zum Port **W (6)** auf dem Injektionsventil gefüllt werden muss, bevor die Probenschleife gefüllt werden kann.

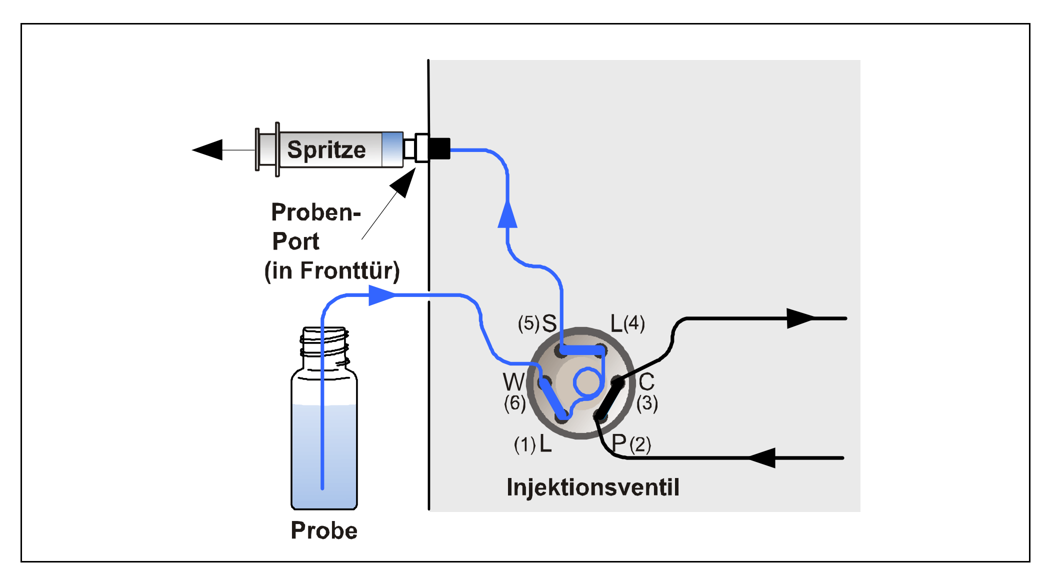


Abbildung 3-14. Zuführen der Probe mit einer vakuumgefüllten Injektionsspritze (Pull-Methode)

6. Injizieren Sie mit einer der beiden folgenden Methoden die Probe auf die Säule:
   - Manuell: Klicken Sie auf dem ICS-900-Steuerfeld auf die Schaltfläche **„Inject“** (Injizieren). In Abschnitt 3.11.2 finden Sie weitere Informationen zur manuellen Verarbeitung von Proben.
   - Automatisch: Fügen Sie den Befehl **„Inject“** (Injizieren) in ein Chromeleon- oder Chromeleon Xpress-Programm ein. Beispiele finden Sie in Abschnitt 3.11.6. In Abschnitt 3.11.3 finden Sie weitere Informationen zur automatischen Verarbeitung von Proben.

3.11.6 Beispiele für Chromeleon-Befehle zum Zuführen und Injizieren von Proben

Die folgenden Beispiele enthalten Befehle zum Zuführen und Injizieren von Proben mit einem AS oder AS40 Autosampler.

Beispiel für AS-Programmbefehle

0.000	Pump_ECD.Autozero		;Basislinie auf Null stellen
	Load		;Ventil auf Ladeposition schalten
	Wait	CycleTimeState	;auf Zykluszeit warten (falls eingestellt)
	Inject		;Ventil auf Injektionsstellung schalten
	Wait	InjectState	;auf Abschluss der Injektion warten
	ECD_1.AcqOn		;Datenerfassung starten
14.000	ECD_1.AcqOff		;Datenerfassung stoppen

Beispiel für AS40-Programmbefehle

-2.300	Pump_ECD_Relay_1.Closed	Duration=138.00	;Hinweis 1
0.000	Pump_ECD.Autozero		;Hinweis 2
	ECD_1.AcqOn		;Hinweis 3
	Pump_InjectValve.InjectPosition	Duration=30.00	;Hinweis 4
30.00	ECD_1.AcqOff		;Hinweis 5

Hinweise zu den Befehlen des AS40-Programm:

1. Schließt den ICS-900-Auslass **„RELAY OUT 1“**, der mit dem Schaltrelais des AS40-Anschlusses **„LOAD“** verbunden ist. Das signalisiert dem AS40, die Probe zuzuführen.
2. Setzt die Basislinie auf Null.
3. Startet die Datenerfassung.
4. Schaltet das Ventil für 30 Sekunden in Injektionsstellung.
5. Stoppt die Datenerfassung.

3.12 Instandhaltung

In diesem Abschnitt werden die vom Anwender durchzuführenden Standardroutinen zur Instandhaltung des ICS-900 beschrieben. Alle anderen Instandhaltungsroutinen müssen von Dionex-Mitarbeiter ausgeführt werden.

Bei Bedarf

- Elutionsmittel erneuern.
- Elutionsmittelbehälter regelmäßig überprüfen und bei Bedarf auffüllen.
- Bei jedem Auffüllen des Elutionsmittelbehälters auch Regenerentenbehälter leeren und ausspülen sowie mit frischem Regeneriermittel füllen. Schieber **„Eluent Remaining“** (Restliche Eluentenmenge) auf dem ICS-900-Steuerfeld zurücksetzen (siehe Seite 34).

Täglich

- Montageplatte im ICS-900 (siehe Abbildung 2-2) auf Lecks oder ausgelaufene Flüssigkeiten überprüfen. Flüssigkeiten abwischen. Lecks

auffinden und abdichten (siehe Abschnitt 4.2). Getrocknete Eluenten- und Regenerentenreste mit entionisiertem Wasser abspülen.

- Abfallbehälter überprüfen und, falls erforderlich, leeren.

Wöchentlich

- Flüssigkeitsleitungen auf Knicke und Verfärbungen überprüfen. Geknickte Leitungen neu verlegen. Beschädigte Leitungen auswechseln.
- Rückseite des Pumpenkopfes und den Bereich unter dem Kopf auf Flüssigkeitslecks überprüfen. Normale Reibung und normaler Verschleiß kann nach und nach zu kleinen Flüssigkeitslecks rund um die Kolbendichtung führen. Wenn die Kontrolle vernachlässigt wird, können diese Lecks allmählich zur Kontaminierung des Kolbengehäuses und damit zu einer verringerten Leistung der Pumpe führen. Bei Feststellung von Lecks Kolbendichtungen auswechseln (siehe Abschnitt 5.7).

Jährlich

- Pumpendichtungen auswechseln (siehe Abschnitt 5.7).
- Injektionsventil erneuern (siehe Abschnitt 5.10).
- Falls ein AS Autosampler installiert ist, führen Sie die präventiven Wartungsmaßnahmen für den AS aus. Zu diesem Zweck ist ein „AS Preventive Maintenance Kit“ (P/N 060581) verfügbar.
- Falls ein Automatischer Sampler AS40 installiert ist, wechseln Sie die Probenspitze und die Probenleitung aus. Das „ASM/AS40 Sample Tip Replacement Kit“ (P/N 040835) enthält alle erforderlichen Komponenten zum Auswechseln der Probenspitze und der Leitung zwischen Spitze und Injektionsventil. Eine Anleitung zum Auswechseln der Probenspitze finden Sie im *AS40 Automated Sampler Operator's Manual* (Dokument Nr. 034970). Die Anleitung befindet sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N053891).

4 • Problembehandlung

Dieses Kapitel enthält eine Anleitung zur Lösung von Problemen, die beim Betrieb des Ionenchromatographiesystem ICS-900 auftreten können (ICS-900).

- In Abschnitt 4.1 werden die im Verlaufsprotokoll von Chromeleon oder Chromeleon Xpress angezeigten Fehlermeldungen erläutert.
- In Abschnitt 4.2 bis Abschnitt 4.13 werden weitere Betriebsprobleme erläutert und wie diese gelöst werden.

Wenn sich ein Problem nicht lösen lässt, können Sie sich an Dionex um Unterstützung wenden. Wenden Sie sich in den USA an den Dionex Technical Support unter 1-800-346-6390. Wenden Sie sich von außerhalb der USA an die nächstgelegene Dionex-Niederlassung.

4.1 Alarmmeldungen und Fehlerbedingungen

Wenn eine der folgenden Alarmbedingungen auftritt, wird im Verlaufsprotokoll („Audit Trail“) von Chromeleon oder Chromeleon Xpress eine Fehlermeldung angezeigt. Jeder Fehlermeldung ist ein Symbol vorangestellt, das den Schweregrad des Problems aufzeigt (siehe Tabelle unten).

Symbol	Schweregrad	Beschreibung
!	Warnung	Im Verlaufsprotokoll wird zwar eine Meldung angezeigt, der aktuelle Durchlauf aber nicht unterbrochen.
!	Fehler	Im Verlaufsprotokoll wird eine Meldung angezeigt, und das System versucht, das Problem zu korrigieren (manchmal durch Verwendung eines anderen Parameters). Durch einen Fehler wird die aktuelle Analyse nicht unterbrochen. Wenn der Fehler jedoch während der Bereitschaftsprüfung („Ready Check“) auftritt, wird die Analyse nicht gestartet.
Stop	Abbruch	Im Verlaufsprotokoll wird eine Meldung angezeigt, und die Ausführung des aktuellen Programms wird abgebrochen.

In der Tabelle unten sind die Fehlermeldungen des ICS-900 aufgeführt. Auf der in der Tabelle angegebenen Seite finden Sie weitere Unterstützung zum jeweiligen Problem.

Alarmmeldungen und Fehlerbedingungen	Siehe
Conductivity exceeds limit. (Leitfähigkeit übersteigt Grenzwert.)	Seite 62
Flow rate calibration error. (Flussraten-Kalibrierungsfehler)	Seite 63
Load/inject valve error. (Ventilfehler beim Zuführen/Injizieren)	Seite 64
Module data buffer overflow. Data may have been lost. (Pufferüberlauf der Moduldaten. Möglicher Datenverlust.)	Seite 64
Pump motor lost control. (Pumpenmotorsteuerung ausgefallen)	Seite 64
Pump pressure hardware error. (Fehler bei Pumpendruckhardware)	Seite 65
Pump pressure slope calibration error. (Fehler bei Kalibrierung des Pumpendruckanstiegs)	Seite 65
Remaining eluent below 200 mL. (Restlicher Eluentenmenge unter 200 ml)	Seite 65
The system pressure is below the low pressure limit. (Systemdruck ist unter den unteren Druckgrenzwert gefallen)	Seite 67
The system pressure has exceeded the high pressure limit. (Systemdruck hat oberen Druckgrenzwert überstiegen)	Seite 67

Conductivity exceeds limit. (Leitfähigkeit übersteigt Grenzwert.)

Diese Meldung kann beim Einschalten des ICS-900 angezeigt werden. Wird sie zu einem anderen Zeitpunkt angezeigt, liegt ein Problem vor.

So behandeln Sie das Problem:

1. Führen Sie einen Inlineschnellstart des Suppressors aus:
   a. Trennen Sie die Auslassleitung der Trennsäule vom Suppressorport „**ELUENT IN**“, und trennen Sie die Einlassleitung der Messzelle vom Suppressorport „**ELUENT OUT**“. Verwenden Sie ein Verbindungsstück, um die beiden Leitungen miteinander zu verbinden.
   b. Schalten Sie den Pumpenumlauf ein, und geben Sie dem Suppressor 10 Minuten, um sich zu regenerieren.

c. Schalten Sie die Pumpe wieder aus, und lassen Sie den Suppressor 20 Minuten hydratisieren.

d. Verbinden Sie die Auslassleitung wieder mit der Trennsäule und die Einlassleitung der Messzelle mit dem Suppressorport.

2. Wenn die Hintergrundleitfähigkeit weiterhin hoch ist:

- Erneuern Sie das Elutionsmittel (siehe Abschnitt 3.4).
- Erneuern Sie das Regeneriermittel (siehe Abschnitt 3.5).
- Prüfen Sie die Kalibrierung der Messzelle, indem Sie entionisiertes Wasser durch die Messzelle pumpen. Umgehen Sie dabei die Säule(n) und den Suppressor. Die gesamte Hintergrundleitfähigkeit muss geringer als 1,0 µS sein.
- Führen Sie ein Offline-Regeneration des Suppressors durch.

  a. Trennen Sie die Flüssigkeitsleitungen vom Suppressor, und entfernen Sie den Suppressor vom ICS-900.

  b. Verwenden Sie eine Injektionsspritze, um folgende Arten und Mengen von Flüssigkeit in die Suppressoranschlüsse einzuführen:

  - **AMMS® 300:** Bringen Sie etwa 3 mL von 100 mmol H_2SO_4 in den **„ELUENT OUT“**-Port und ungefähr 5 mL von 100 mmol H_2SO_4 in den **„REGEN IN“**-Port ein.
  - **CMMS® 300:** Bringen Sie etwa 3 mL von 200 mmol NaOH in den **„ELUENT OUT“**-Port und ungefähr 5 mL von 200 mmol NaOH in den **„REGEN IN“**-Port ein.

  c. Warten Sie mindestens 20 Minuten, bis der Suppressor vollständig hydratisiert ist.

- Wenn das Problem weiterhin besteht, müssen Sie den Suppressor auswechseln (siehe Abschnitt 5.12).

Flow rate calibration error. (Flussraten-Kalibrierungsfehler)

Dieser Fehler tritt auf, wenn Sie versuchen, die Flussrate bei ausgeschalteter Pumpe zu kalibrieren, oder wenn die Pumpe eingeschaltet ist, aber die Flussrate nicht bei 1 mL/min liegt.

So behandeln Sie das Problem:

- Stellen Sie sicher, dass Sie vor dem Kalibrieren der Flussrate auf dem „Wellness“-Steuerfeld die Schaltfläche **„Start Calibration“** (Kalibrierung starten) gedrückt haben. Dadurch wird die Pumpe automatisch gestartet und die Flussrate auf 1 mL/min eingestellt. Eine Anleitung zum Kalibrieren der Flussrate finden Sie in Abschnitt 5.1.5.

Load/inject valve error. (Ventilfehler beim Zuführen/Injizieren)

Wenn das Injektionsventil nach dem Schalten nicht innerhalb von 1 Sekunde die Ventilstellung ändert, meldet die Moduleware des ICS-900 einen Fehler an Chromeleon oder Chromeleon Xpress, und diese Fehlermeldung wird angezeigt.

So behandeln Sie das Problem:

1. Wenn gerade eine Sequenz ausgeführt wird, beenden Sie diese Sequenz, indem Sie im Menü **„Batch“** (Stapel) die Option **„Stop“** auswählen.
2. Schalten Sie das ICS-900 kurz aus, und schalten Sie es wieder ein.
3. Versuchen Sie das Ventil von der Ladeposition in die Injektionsstellung zu schalten, indem Sie auf dem ICS-900-Steuerfeld auf die Schaltfläche **„Inject“** (Injizieren) klicken.
4. Wenn das Problem weiterhin besteht, wenden Sie sich an Dionex.

Module data buffer overflow. Data may have been lost. (Pufferüberlauf der Moduldaten. Möglicher Datenverlust.)

Diese Fehlermeldung kann aufgrund verschiedener Probleme mit der Elektronik verursacht werden.

Wenden Sie sich bei Anzeige dieser Warnmeldung an Dionex. Die Elektronikkomponenten des ICS-900 können nicht vom Anwender ausgewechselt werden.

Pump motor lost control. (Pumpenmotorsteuerung ausgefallen)

Dieser Fehler wird angezeigt, wenn es Probleme mit der Elektronik des Pumpencontrollers gibt.

So behandeln Sie das Problem:

- Wenden Sie sich an Dionex. Die Elektronikkomponenten des ICS-900 können nicht vom Anwender gewartet werden.

Pump pressure hardware error. (Fehler bei Pumpendruckhardware)

Dieser Fehler wird angezeigt, wenn es Probleme mit der Elektronik des Pumpencontrollers gibt.

So behandeln Sie das Problem:

- Wenden Sie sich an Dionex. Die Elektronikkomponenten des ICS-900 können nicht vom Anwender gewartet werden.

Pump pressure slope calibration error. (Fehler bei Kalibrierung des Pumpendruckanstiegs)

Dieser Fehler tritt auf, wenn Sie den Druckanstieg bei einem Druck unter 3 MPa (500 psi) kalibrieren wollen.

So behandeln Sie das Problem:

- Überprüfen Sie, ob die Pumpe eingeschaltet ist und die Flussrate der für die Anwendung geforderten Rate entspricht.
- Überprüfen Sie, ob der Druckmesser korrekt funktioniert.
- Überprüfen Sie, ob die korrekte Anzahl und der passende Typ an Rückdruck-Kapillaren installiert sind. Siehe Tabelle auf Seite 75.
- Überprüfen Sie die Pumpe auf Lecks (siehe Abschnitt 4.2).

Remaining eluent below 200 mL. (Restlicher Eluentenmenge unter 200 mL)

- oder -

Remaining eluent below 100 mL. (Restlicher Eluentenmenge unter 100 mL)

Diese Fehler treten auf, wenn der Elutionsmittelbehälter des ICS-900 weniger als die in der Meldung angegebenen Menge enthält.

So behandeln Sie das Problem:

- Das ICS-900 ermittelt den Verbrauch an Elutionsmittel anhand der überwachten Flussrate und der Einschaltdauer der Pumpe. Damit der Füllstand des Elutionsmittels korrekt angezeigt wird, muss der Füllstand bei jedem Auffüllen des Behälters auf dem ICS-900-Steuerfeld neu eingestellt werden. Verschieben Sie nach dem Füllen des Behälters den Regler **„Eluent Remaining“** (Restliche Eluentenmenge) auf dem ICS-900-Steuerfeld (siehe Abbildung 3-3), sodass der Flüssigkeitsstand im Behälter eingestellt ist.



The system pressure is below the low pressure limit. (Systemdruck ist unter den unteren Druckgrenzwert gefallen)

Wenn der Systemdruck für 0,5 Sekunden unter den unteren Druckgrenzwert fällt, wird die Pumpe von Chromeleon oder Chromeleon Xpress gestoppt und diese Fehlermeldung angezeigt. Der untere Druckgrenzwert kann im Eigenschaftendialogfeld der Chromeleon-Serverkonfiguration oder in Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress auf einen Wert zwischen 0 und 33,7 MPa (0 und 4900 psi) eingestellt werden.

So behandeln Sie das Problem:

1. Stellen Sie sicher, dass der Elutionsmittelbehälter gefüllt ist.
2. Überprüfen Sie die Pumpe auf Lecks (siehe Abschnitt 4.2).
3. Spülen Sie die Pumpe (siehe Abschnitt 3.6).
4. Starten Sie die Pumpe über das ICS-900-Steuerfeld (siehe Abschnitt 3.6).

Weitere Informationen zur Behandlung von Problemen beim Spülen der Pumpe finden Sie in Abschnitt 4.3.



The system pressure has exceeded the high pressure limit. (Systemdruck hat oberen Druckgrenzwert überstiegen)

Wenn der Systemdruck für 0,5 Sekunden über den oberen Druckgrenzwert steigt, wird die Pumpe von Chromeleon oder Chromeleon Xpress gestoppt und diese Fehlermeldung angezeigt. Der obere Druckgrenzwert kann über die Serverkonfiguration oder das Steuerungsprogramm von Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress auf einen Wert zwischen 0,7 und 34,4 MPa (100 und 5000 psi) eingestellt werden.

So behandeln Sie das Problem:

1. Überprüfen Sie die Flüssigkeitsleitungen auf Blockierungen, indem Sie den Weg rückwärts von der Messzelle zur Pumpe verfolgen (siehe Fließschema in Abbildung 2-4).
2. Starten Sie die Pumpe über das ICS-900-Steuerfeld.

Weitere Informationen zur Behandlung von Problemen mit dem Systemdruck finden Sie in Abschnitt 4.7.

4.2 Flüssigkeitslecks

- **Undichte Anschlussstücke**

  Lokalisieren Sie die undichte Stelle. Ziehen Sie die Verbindung der Flüssigkeitsleitung fest, oder wechseln Sie diese bei Bedarf aus (siehe Abschnitt 5.2). Informationen zu den Befestigungsanforderungen finden Sie im Dokument *Installation of Dionex Liquid Line Fittings* (Dokument Nr. 031432), das auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N 053891) bereitgestellt wird.

- **Gebrochene Flüssigkeitsleitung**

  Wechseln Sie Leitung und Anschlussstück aus (siehe Abschnitt 5.2).

- **Blockierte oder fehlerhaft installierte Leitung**

  Stellen Sie sicher, dass die Leitungen nicht geknickt oder anderweitig blockiert sind. Wenn die blockierte Leitung eine Abflussleitung ist, darf diese nach Verlassen des ICS-900 nirgendwo ansteigen. Wenn eine Leitung blockiert ist, wechseln Sie diese aus (siehe Abschnitt 5.2).

- **Lockeres Gehäuse des Pumpenkontrollventils**

  Stellen Sie sicher, dass die Kontrollventile fest auf dem Pumpenkopf aufsitzen. Falls sie dies nicht tun, befestigen Sie die Ventile vorsichtig mit einem Gabelschlüssel, bis keine Flüssigkeit mehr austritt.

- **Beschädigte Pumpenkolbendichtung**

  1. Wechseln Sie die Kolbendichtung aus (siehe Abschnitt 5.7).
  2. Wenn das Problem weiterhin besteht, müssen Sie den Kolben auswechseln (siehe Abschnitt 5.8).

- **Pumpenkopf nicht fest**

  Ziehen Sie die Befestigungsschrauben des Pumpenkopfes vorsichtig fest, bis keine Flüssigkeit mehr austritt. **SCHRAUBEN NICHT ÜBERDREHEN!**

- **Undichter Druckwandler**

  Stellen Sie sicher, dass die Anschlüsse der Flüssigkeitsleitungen ordnungsgemäß am Druckwandler befestigt sind. Informationen zu den Befestigungs-anforderungen finden Sie im Dokument *Installation of Dionex Liquid Line Fittings* (Dokument Nr. 031432), das auf der Dionex Reference Library CD-

ROM (P/N 053891) bereitgestellt wird. Wechseln Sie beschädigte Anschlussstücke aus.

- **Undichtes Abflussventil am Pumpenkopf**

  Stellen Sie sicher, dass das Abflussventil geschlossen ist. Drehen Sie zum Schließen des Ventils den Knopf im Uhrzeigersinn, bis das Ventil fest verschlossen ist. **NICHT ÜBERDREHEN! Durch zu festes Zudrehen können Ventil und Pumpenkopf beschädigt werden.**

  Inspizieren Sie den Pumpenkopf. Wenn sich das Leck am Abflussventil befindet, wechseln Sie die Dichtung des Abflussventils aus (siehe Abschnitt 5.9).

- **Undichter MMS 300**

  Informationen zur Behandlung von Problemen am Suppressor finden Sie in der Suppressoranleitung. Suppressoranleitungen befinden sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N 053891).

- **Undichtes Injektionsventil**

  Stellen Sie sicher, dass die Anschlüsse der Flüssigkeitsleitungen ordnungsgemäß am Ventil befestigt sind. Wechseln Sie beschädigte Anschlussstücke aus. Befestigungsanforderungen finden Sie im Dokument *Installation of Dionex Liquid Line Fittings* (Dokument Nr. 031432). Die Anleitung befindet sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N 053891).

  Lecks, die hinter dem Ventilstator auftreten, können auf eine zerkratzte Rotordichtung verweisen. Injektionsventil erneuern (siehe (siehe Abschnitt 5.10)).

- **Undichte Leitfähigkeitsmesszelle**

  Prüfen Sie die Abflussleitungen auf Blockierungen. Festsitzende Partikel können zu einer Verstopfung der Leitungen führen und dadurch einen Leistungsabfall und/oder Lecks verursachen. Reinigen Sie, falls erforderlich, die Abflussleitung in umgedrehter Fließrichtung.

  Stellen Sie sicher, dass die aus der Messzelle führenden Leitungen gereinigt sind. Eine Blockierung kann zu einem Überdruck in der Messzelle und dadurch zu einem Leck führen. Wenn das Problem weiter besteht, wenden Sie sich an Dionex.

4.3 Probleme beim Spülen der Pumpe oder Verlust von Spülmittel

- **Leerer Elutionsmittelbehälter und/oder Elutionsmittel nicht angeschlossen**

  Füllen Sie den Behälter auf. Prüfen Sie alle Verbindungen.

- **Verschmutztes Kontrollventil**

  Reinigen Sie das Pumpenkontrollventil, oder wechseln Sie es aus (siehe Abschnitt 5.6).

- **Lecks am Verbindungsstück von Pumpenkopf und Pumpengehäuse**

  Wechseln Sie die Kolbendichtung aus (siehe Abschnitt 5.7).

4.4 Pumpe startet nicht

- **Kein Strom (Stromanzeige in Fronttür leuchtet nicht)**

  Überprüfen Sie, ob das Netzkabel korrekt angeschlossen ist.

  Überprüfen Sie die Sicherungen, und wechseln Sie diese bei Bedarf aus (siehe Abschnitt 5.13).

- **Keine Kommunikation zwischen ICS-900 und Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress (Verbindungsanzeige auf der Rückplatte leuchtet nicht)**

  Das USB-Kabel ist nicht korrekt angeschlossen. Weitere Informationen dazu finden Sie in der *Installationsanleitung zum Ionenchromatographiesystem ICS-900* (Dokument Nr. 065214), die auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N 053891) und im Liefersatz des ICS-900 (P/N 067768) bereitgestellt wird.

4.5 Kein Fluss

- **Pumpe ist nicht gespült**

  Spülen Sie die Pumpe (siehe Abschnitt 3.6).

- **Pumpenkolben ist gebrochen**

  Wechseln Sie den Kolben aus (siehe Abschnitt 5.8).

4.6 Schwankende Messwerte für Fluss/Druck

- **Pumpe muss gespült werden**

  Spülen Sie die Pumpe (siehe Abschnitt 3.6).

- **Kolbendichtung ist beschädigt**

  Wechseln Sie die Kolbendichtung aus (siehe Abschnitt 5.7).

- **Kontrollventil der Pumpe ist verschmutzt**

  Reinigen Sie das Kontrollventil, oder wechseln Sie es aus (siehe Abschnitt 5.6).

4.7 Zu hoher Systemgegendruck

- **Verengung in Systemleitungen**

  Prüfen Sie alle Flüssigkeitsleitungen auf Knicke oder Blockierungen. Stellen Sie sicher, dass die Anschlussstücke auf den Leitungen nicht überdreht wurden. Weitere Informationen dazu finden Sie im Dokument *Installation of Dionex Liquid Line Fittings* (Dokument Nr. 031432). Die Anleitung befindet sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N 053891).

- **Anschlussstück ist verstopft oder beschädigt**

  Finden Sie das fehlerhafte Anschlussstück, indem Sie jedes Anschlussstück einzeln lockern, bis der Druckwert wieder normal ist. Reparieren Sie das betreffende Anschlussstück, oder wechseln Sie es aus (siehe Abschnitt 5.2).

- **Flussrate in den Säulen ist zu hoch**

  Prüfen Sie die Flussrate der Pumpe.

- **Verstopfte Säulenfritte**

  Informationen zur Problemlösung finden Sie in der Anleitung zu den Säulen. Säulenanleitungen befinden sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N053891).

- **Verunreinigte Säulen**

  Reinigen Sie die Säulen wie in der Säulenanleitung beschrieben. Säulenanleitungen befinden sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N053891).

- **Durchleitungen des Injektionsventils sind verstopft**

  Injektionsventil erneuern (siehe (siehe Abschnitt 5.10)).

4.8 Geisterpeaks

Geisterpeaks sind ungewöhnliche Peaks in einem Chromatogramm. Dabei kann es sich um verschleppte Elutionspeaks einer vorherigen Injektion handeln, oder die Peaks sind auf verunreinigte, fehlerhaft funktionierende oder falsch installierte Injektionsventile zurückzuführen. Diese Peaks können gleichzeitig mit den gewünschten Peaks eluieren, was zu nicht reproduzierbaren Peakhöhen/Peakflächen führt.

- **Zu wenig Zeit zwischen Probeninjektionen**

  Warten Sie, bis die vorherige Probe vollständig eluiert ist, bevor Sie die nächste Injektion vornehmen.

- **Ungenügendes Spülen zwischen Proben**

  Spülen Sie die Probenschleife zwischen den Probeninjektionen mit mindestens der zehnfachen Volumenmenge an entionisiertem Wasser oder entionisierter Probenflüssigkeit.

- **Fehlerhafte oder verunreinigte Standards**

  Erneuern Sie die Standards.

- **Fehlerhafter oder verunreinigter Eluent**

  Erneuern Sie den Eluenten (siehe Abschnitt 3.4).

- **Funktionsstörung des Injektionsventil**

  Wenden Sie sich an Dionex.

4.9 Nicht reproduzierbare Peakhöhe oder Retentionszeit

- **Überladung der Säule**

  Verdünnen Sie die Probe (siehe Abschnitt 3.10.3).

- **Flüssigkeitslecks**

  Lokalisieren und beseitigen Sie die Lecks (siehe Abschnitt 4.2).

- **Unvollständiges oder ungenaues Spülen der Probenschleife**

  1. Spülen Sie die Probenschleife, bis überflüssiges Probenmaterial aus der Abflussleitung austritt.
  2. Überprüfen Sie die 1-cc-Injektionsspritze (P/N 016388), und wechseln Sie diese bei Beschädigung aus.

- **Pumpe ist nicht richtig gespült**

  Spülen Sie die Pumpe (siehe Abschnitt 3.6).

4.10 Unnormale Retentionszeit oder Selektivität

- **Verunreinigter oder ungeeigneter Eluent**

  Erneuern Sie den Eluenten. Verwenden Sie konzentriertes Elutionsmittel sowie gefiltertes und entionisiertes Wasser vom ASTM Typ I (18 Megohm) (siehe Abschnitt 3.4).

- **Verunreinigte oder bereits abgebaute Probe**

  Treffen Sie beim Vorbereiten und Aufbewahren der Proben geeignete Vorsichtsmaßnahmen, um eine Verunreinigung und Degradation zu verhindern (siehe Abschnitt 3.10).

- **Verunreinigte Säule**

  1. Reinigen Sie die Säulen wie in der Säulenanleitung beschrieben. Säulenanleitungen befinden sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N 053891).
  2. Wenn die Reinigung nicht die erhoffte Wirkung zeigt, wechseln Sie die Säule aus.

4.11 Detektor reagiert nicht

- **Messzelle ist nicht korrekt installiert**

  Überprüfen Sie, ob die Messzelle richtig an der Montageplatte angebracht ist und das Zellengehäuse so weit eingeschraubt ist, dass der Boden des Gehäuses bündig gegen die Metallplatte drückt (siehe Abbildung 2-2 und Abbildung 2-10).

- **Kein Fluss von der Pumpe**

  Dieses Problem kann verschiedene Ursachen haben. Informationen dazu finden Sie in Abschnitt 4.4 und Abschnitt 4.5.

- **Funktionsstörung der Messzellenelektronik**

  Testen Sie über das „Wellness"-Steuerfeld die Elektronik einer Dummy-Messzelle. Weitere Informationen dazu finden Sie in Abschnitt 5.1 und in der Chromeleon-Hilfe). Wenn die Leitfähigkeitsmesswerte der Dummy-Messzelle außerhalb des Toleranzbereichs liegen, ist die Elektronik defekt. Wenden Sie sich an Dionex.

4.12 Hohe Detektorwerte

- **Hintergrundleitfähigkeit wird durch Suppressor nicht unterdrückt**

  Wenn im Verlaufsprotokoll („Audit Trail") von Chromeleon oder Chromeleon Xpress die Meldung **„Conductivity exceeds limit"** (Leitfähigkeit übersteigt Grenzwert) angezeigt wird, führen Sie die in Abschnitt 4.1 angegebenen Schritte aus. Weitere Informationen zur Behandlung dieses Problems finden Sie in der Suppressoranleitung. Suppressoranleitungen befinden sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N053891).

- **Probenkonzentration ist zu hoch**

  Verdünnen Sie die Probe (siehe Abschnitt 3.10.3).

- **Ungeeigneter Eluent oder Regenerent**

  Überprüfen Sie, ob der für Ihr System passende Eluent/Regenerent verwendet wird (siehe Abschnitt 3.4).

- **Messzelle ist nicht kalibriert**

  Kalibrieren Sie die Messzelle über das „Wellness"-Steuerfeld (siehe Abschnitt 5.1).

4.13 Rauschen und Driften der Basislinie

- **Flüssigkeitsleck im System / Schwankende Basislinie**

  Überprüfen Sie alle Anschlussstücke und Flüssigkeitsleitungen auf Lecks. Ziehen Sie alle Verbindungen der Flüssigkeitsleitungen fest, oder wechseln

Sie diese bei Bedarf aus. Befestigungsanforderungen finden Sie im Dokument *Installation of Dionex Liquid Line Fittings* (Dokument Nr. 031432). Die Anleitung befindet sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N053891).

- **Eingeschlossene Gase**

  Lassen Sie in der Messzelle eingeschlossene Gase entweichen, indem Sie die Leitungsverbindungen zu und von der Messzelle lösen und danach wieder befestigen. Lösen Sie außerdem alle Anschlussstücke zu und vom MMS-Eluentenport, und befestigen Sie diese danach wieder.

- **Pumpe ist nicht richtig gespült**

  Spülen Sie die Pumpe (siehe Abschnitt 3.6).

- **Verunreinigter oder ungeeigneter Eluent/Regenerent**

  Erneuern Sie den Eluenten bzw. Regenerenten (siehe Abschnitt 3.4).

- **Starke Temperaturänderungen in der Umgebung**

  Wenn die Umgebungstemperatur nicht einem geforderten Werte zwischen 10 und 35 °C entspricht, müssen Sie Klimaanlagen und Heizlüfter vom ICS-900 weg ausrichten. Außerdem muss die Fronttür des ICS-900 geschlossen sein.

- **Ungenügender Gegendruck in der Messzelle**

  Überprüfen Sie, ob die passende Gegendruckfeder installiert ist:

  Standarddurchlasssysteme: Verwenden Sie ein oder zwei schwarze Gegendruckspulen
  (P/N 045877), die im ICS-900-Liefersatz (P/N 067768) enthalten sind.

Flussrate	Anzahl von Federn
1,5 bis 3,0 mL/min	1 (schwarz)
0,5 bis 1,5 mL/min	2 (schwarz)

Microbore-Systeme: Verwenden Sie eine oder zwei rote Rückdruck-Kapillare (P/N 045878), die im Microbore-Kapillarensatz (P/N 052324) enthalten sind.

Flussrate	Anzahl von Federn
0,3 bis 0,5 mL/min	1 (rot)
Weniger als 0,3 mL/min	2 (rot)

Installieren Sie die Leitung zwischen dem Messzellenauslass und dem Einlass des Regenerentenbehälters. Weitere Informationen dazu finden Sie in der *Installationsanleitung zum Ionenchromatographiesystem ICS-900* (Dokument Nr. 065214), die auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N 053891) und im Liefersatz des ICS-900 (P/N 067768) bereitgestellt wird.

- **Nach dem Ändern von Betriebsparametern wird kein ausreichendes Systemgleichgewicht erreicht, insbesondere bei Betrieb mit hohen Empfindlichkeiten**

  Verlängern Sie die Systemstabilisierungszeit vor dem Starten der Probeninjektion auf bis zu 3 Stunden.

- **Fehlerhafte Betriebsbedingungen am Suppressor**

  Informationen zur Behandlung von Problemen am Suppressor finden Sie in der Suppressoranleitung. Suppressoranleitungen befinden sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N 053891).

- **Messzelle hat zu hohe oder zu niedrige Temperatur**

  Wenden Sie sich an Dionex.

- **Kolbendichtung ist beschädigt**

  Wechseln Sie die Kolbendichtung aus (siehe Abschnitt 5.7).

- **DCR-Gegendruckleitungen sind nicht oder fehlerhaft installiert**

  Installieren Sie die Leitung am Ende der Abflussleitung des Suppressors. Weitere Informationen dazu finden Sie in der *Installationsanleitung zum Ionenchromatographiesystem ICS-900* (Dokument Nr. 065214), die auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N 053891) und im Liefersatz des ICS-900 (P/N 067768) bereitgestellt wird.

5 • Wartung

In diesem Kapitel werden die vom Anwender durchführbaren Wartungs- und Reparaturverfahren für den Ionenchromatographiesystem ICS-900 (ICS-900) beschrieben. Zu den hier nicht aufgeführten Verfahren zählen Reparaturen an den Elektronikbauteilen. Diese müssen von Dionex-Mitarbeitern ausgeführt werden. Wenden Sie sich in diesem Fall an den Technischen Support von Dionex. Wählen Sie in den USA die Telefonnummer 1-800-346-6390. Wenden Sie sich von außerhalb der USA an die nächstgelegene Dionex-Niederlassung.

Lesen Sie vor dem Auswechseln eines Teils die in Kapitel 4 aufgeführten Informationen zur Problembehandlung, um die Ursache des Problems korrekt zu identifizieren.



Die Verwendung von Teilen, die nicht von Dionex stammen, können zu einer Verminderung der Systemleistung führen. Zudem wird die Produktgewährleistung unwirksam. Weitere Informationen zu den Gewährleistungsbedingungen finden Sie in den allgemeinen Geschäftsbedingungen von Dionex.

5.1 Diagnose und Kalibrierung

Das „Wellness“-Steuerfeld (siehe Abbildung 5-2) bietet verschiedene Steuerelemente zum Ausführen von Diagnose- und Kalibrierfunktionen. In diesem Abschnitt wird ein Überblick über die Funktionen des „Wellness“-Steuerfeldes gegeben. Kalibrierverfahren sind in den folgenden Abschnitten beschrieben:

- „Kalibrieren des Druckwandlers“ (Abschnitt 5.1.3)
- „Kalibrieren der Messzelle“ (Abschnitt 5.1.4)
- „Kalibrieren der Flussrate“ (siehe Abschnitt 5.1.5)

5.1.1 Öffnen des „Wellness“-Steuerfeldes

1. Erweitern Sie im Chromeleon-Browser den Ordner **„Dionex Templates\Panels\Wellness“**.
2. Doppelklicken Sie auf **„Dionex_ICS-900_wellness.pan“** (siehe Abbildung 5-2).

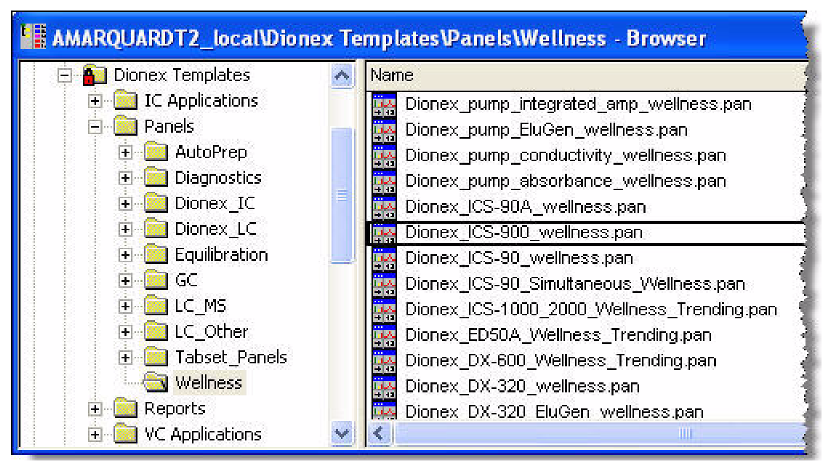


Abbildung 5-1. Öffnen des „Wellness"-Steuerfeldes

Das „Wellness"-Steuerfeld wird angezeigt (siehe Abbildung 5-2).

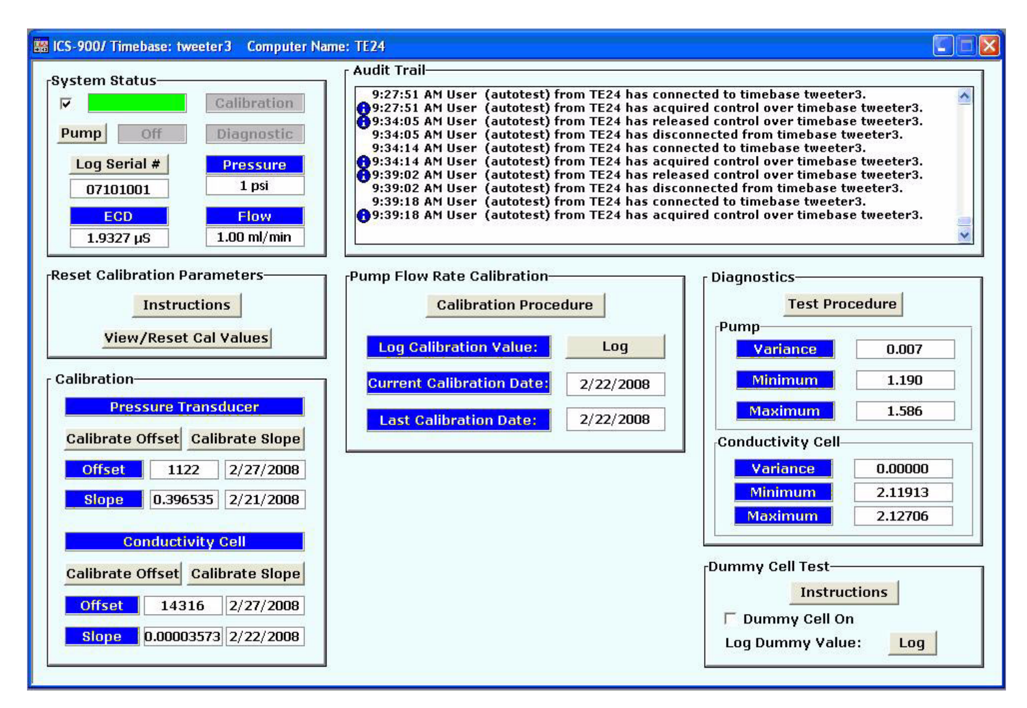


Abbildung 5-2. „Wellness"-Steuerfeld des ICS-900

3. Wenn die Steuerelemente auf dem „Wellness“-Steuerfeld deaktiviert sind, wählen Sie im Menü **„Control“** (Steuerung) die Option **„Connect to timebase“** (Verbindung zu Zeitbasis) aus, und wählen Sie danach ICS-900 als Zeitbasis aus.

5.1.2 Funktionen des „Wellness“-Steuerfeldes

Das „Wellness“-Steuerfeld bietet folgende Funktionen:

System Status (Systemstatus)

- Das Kontrollkästchen zeigt an, ob das ICS-900 mit Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress verbunden ist. Wenn keine Verbindung besteht, sind das Kontrollkästchen und auch die anderen Steuerelemente auf dem „Wellness“-Steuerfeld deaktiviert.
- Klicken Sie auf die Schaltfläche **„Pump“**, um die Pumpe ein- und auszuschalten.
- Klicken Sie auf die Schaltfläche **„Log Serial #“** (Seriennr. protokollieren), um die Seriennummer des ICS-900 im Verlaufsprotokoll („Audit Trail“) aufzuzeichnen.
- Die Felder **„Calibration“** und **„Diagnostic“** sind grün, wenn ein Kalibrier- bzw. Diagnoseverfahren ausgeführt wird.
- Der aktuelle Systemdruck wird unter **„Pressure“**, die Pumpenflussrate unter **„Flow“** und die Leitfähigkeit des elektrochemischen Detektors unter **„ECD“** angezeigt.

Audit Trail (Verlaufsprotokoll)

- Im Bereich „Audit Trail“ (Verlaufsprotokoll) wird während des Betriebs des ICS-900 jedes Ereignis protokolliert. Angezeigt werden Fehler, Statusmeldungen, betriebliche Vorgänge usw.

Reset Calibration Parameters (Kalibrierparameter zurücksetzen)

- Klicken Sie auf die Schaltfläche **„View/Reset Cal Values“** (Kalibrierwerte anzeigen/zurücksetzen), um das Fenster mit den aktuellen Kalibrierwerten, den vorherigen Werten und den werksseitig eingestellten Werten zu öffnen. Über das Fenster können Sie die aktuellen Kalibrierwerte auf die vorherigen oder die werksseitig eingestellten Werte zurücksetzen.

Kalibrierung

- **Druckwandler**
  - Verwenden Sie zum Kalibrieren des Druckwandlers die Schaltflächen **„Calibrate Offset“** (Offset kalibrieren) und **„Calibrate Slope“** (Anstieg kalibrieren) (siehe Abschnitt 5.1.3).
  - Unter **„Offset“** und **„Slope“** (Anstieg) werden jeweils das Datum und der Wert der letzten Kalibrierung angezeigt.
- **Conductivity Cell (Leitfähigkeitsmesszelle)**
  - Verwenden Sie zum Kalibrieren der Messzelle die Schaltflächen **„Calibrate Offset“** (Offset kalibrieren) und **„Calibrate Slope“** (Anstieg kalibrieren) (siehe Abschnitt 5.1.4).
  - Unter **„Offset“** und **„Slope“** (Anstieg) werden jeweils das Datum und der Wert der letzten Kalibrierung angezeigt.
- **Pump Flow Rate Calibration (Kalibrierung der Pumpenflussrate)**
  - Klicken Sie auf **„Calibration Procedure“** (Kalibrierverfahren), um die Kalibrierung auszuführen (siehe Abschnitt 5.1.5).
  - Klicken Sie auf **„Log“** (Protokollieren), um den Kalibrierwert im Verlaufsprotokoll aufzuzeichnen.

Diagnostic
(Diagnose)

- Die Werte für **„Variance“** (Streuung) im Bereich **„Pump“** und **„Conductivity Cell“** (Leitfähigkeitsmesszelle) sind ein Maß für das Rauschen der jeweiligen Kanäle. Die Werte für diese Messungen hängen vom Elutionsmittel, vom Alter und Verschleiß der Pumpendichtung, von der Hintergrundleitfähigkeit usw. ab. Wenn die unter gleichen Bedingungen gemessenen Werte verglichen werden, können sie als relative Maße für die Leistungsfähigkeit des Systems verwendet werden.
- Die bei den letzten Diagnosetests von **„Pump“** und **„Conductivity Cell“** (Leitfähigkeitsmesszelle) abgelesenen Werte für **„Variance“** (Streuung), **„Minimum“** und **„Maximum“** werden angezeigt.

Dummy Cell Test
(Dummy-Messzellentest)

- Beim **„Dummy Cell Test“** (Dummy-Messzellentest) wird ein fest in der Leitfähigkeitsmesszelle installierter Widerstand kontaktiert. Ein außerhalb des für den Test ausgewiesenen Normalbereichs gemessener Wert weist auf einen Fehler in der Detektorelektronik hin.
- Klicken Sie auf **„Log“** (Protokollieren), um den Test auszuführen und den Messwert im Verlaufsprotokoll aufzuzeichnen. Klicken Sie auf **„Log“** (Protokollieren), damit der von der Dummy-Messzelle gemessene Wert im Verlaufsprotokoll aufgezeichnet und anschließend die Dummy-Messzelle deaktiviert wird.
- Über das Kontrollkästchen **„Dummy Cell On“** (Dummy-Messzelle aktivieren) wird die Dummy-Messzelle aktiviert bzw. deaktiviert.

5.1.3 Kalibrieren des Druckwandlers

1. Schalten Sie die Stellung des Injektionsventils einige Mal um, indem Sie auf dem ICS-900-Steuerfeld auf die Schaltflächen **„Load“** (Zuführen) und **„Inject“** (Injizieren) klicken. Auf diese Weise wird in der Injektionsventilschleife verbliebene Luft oder verunreinigter Druckaufbau entfernt.
2. Warten Sie ungefähr 10 Minuten, und fahren Sie dann mit Schritt 3 fort.
3. Öffnen Sie das „Wellness“-Steuerfeld des ICS-900 (siehe Abschnitt 5.1).
4. Klicken Sie unter **„Pressure Transducer“** (Druckwandler) auf die Schaltfläche **„Calibrate Offset“** (Offset kalibrieren) (siehe Abbildung 5-2). Ein Dialogfeld mit Anweisungen und Befehlsschaltflächen wird geöffnet.
5. Folgen Sie den Anweisungen auf dem Dialogfeld, um die Offset-Kalibrierung des Druckwandlers durchzuführen. Der neue Offset-Wert wird ermittelt und als aktueller Wert gespeichert.

HINWEIS **Drehen Sie zum Öffnen des Abflussventils auf der Vorderseite des sekundären Pumpenkopfes (siehe Abbildung 5-3) den Knopf eine halbe Umdrehung entgegen dem Uhrzeigersinn.**

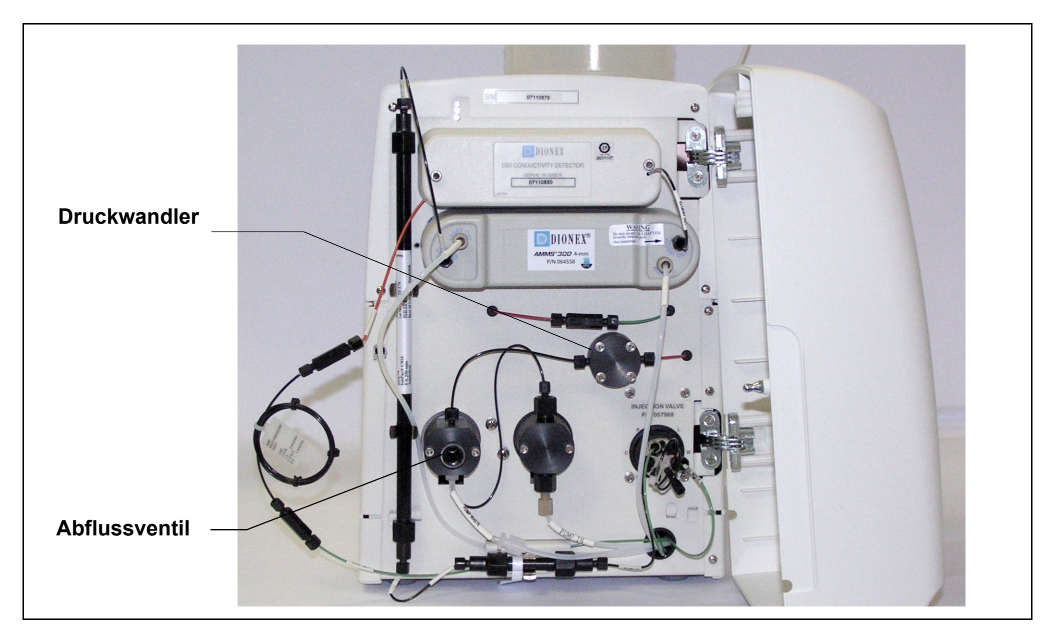


Abbildung 5-3. Interne Komponenten des ICS-900

6. Schließen Sie das Abflussventil.
7. Klicken Sie unter **„Pressure Transducer“** (Druckwandler) auf die Schaltfläche **„Calibrate Slope“** (Anstieg kalibrieren). Ein Dialogfeld mit Anweisungen und Befehlsschaltflächen wird geöffnet.
8. Folgen Sie den Anweisungen auf dem Dialogfeld, um die Kalibrierung des Anstiegs des Druckwandlers durchzuführen. Der neue Offset-Wert wird ermittelt und als aktueller Wert gespeichert.
9. Schalten Sie die Pumpe aus.
10. Trennen Sie Druckmesser und Rückdruck-Kapillare.
11. Schließen Sie den Druckwandler wieder an die Pumpe an.

5.1.4 Kalibrieren der Messzelle

Kalibrieren Sie die Messzelle alle 6 Monate oder nach Installation einer neuen Leitfähigkeitsmesszelle.

Erforderliche Elemente	Beschreibung
1,00 mmol KCl-Lösung	Lösen Sie 0,0746 g von als Reagenz geeignetem KCl in einem Liter gefiltertem und entionisiertem Wasser vom ASTM Typ I (18 Megohm/cm) auf. Verwenden Sie dafür einen Messkolben.
Rücklaufdruckleitung für mindestens 7 MPa (1000 psi)	Verwenden Sie gelbe PEEK-Kapillare mit 0,076 mm ID (P/N 049715).

1. Entfernen Sie mit einem Innensechskantschlüssel die beiden Schrauben, mit denen das Gehäuse der Leitfähigkeitsmesszelle an der Montageplatte im ICS-900 befestigt ist (siehe Abbildung 5-4). Bewahren Sie die Schrauben auf.

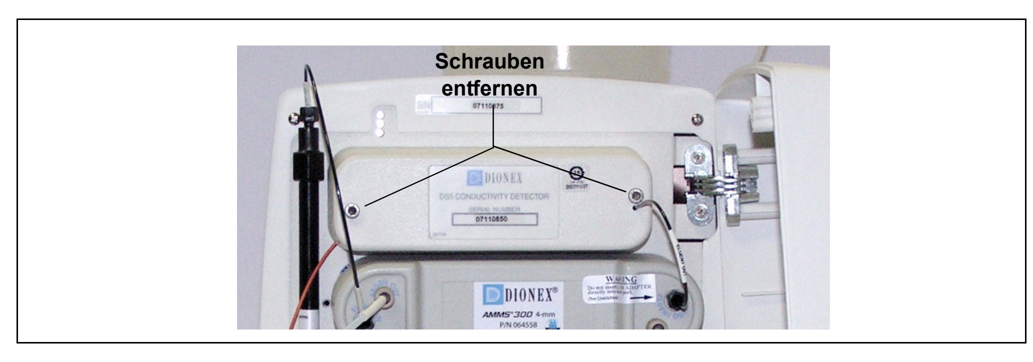


Abbildung 5-4. Interne Komponenten des ICS-900 Entfernen des Gehäuses der Leitfähigkeitsmesszelle

2. Ziehen Sie das Messzellengehäuse gerade aus der Montageplatte, um die Messzelle von seiner Elektronik zu trennen. Legen Sie das Gehäuse mit den angeschlossenen Leitungen ab.
3. Öffnen Sie das „Wellness"-Steuerfeld des ICS-900 (siehe Abschnitt 5.1).

4. Klicken Sie unter **„Conductivity Cell“** (Leitfähigkeitsmesszelle) auf die Schaltfläche **„Calibrate Offset“** (Offset kalibrieren) (siehe Abbildung 5-2). Ein Dialogfeld mit Anweisungen und Befehlsschaltflächen wird geöffnet.
5. Folgen Sie den Anweisungen auf dem Dialogfeld, um die Offset-Kalibrierung der Leitfähigkeitsmesszelle durchzuführen. Der neue Offset-Wert wird ermittelt und als aktueller Wert gespeichert.

HINWEIS **Richten Sie zum erneuten Installieren der Messzelle auf der Montageplatte den 9-Pin-Stecker des Messzellengehäuses an der Montageplatte aus, und stecken Sie die Zelle zurück auf die Elektronik. Platzieren Sie die in Schritt 1 entfernten Montageschrauben, und ziehen Sie diese fest.**

6. Klicken Sie unter **„Conductivity Cell“** (Leitfähigkeitsmesszelle) auf die Schaltfläche **„Calibrate Slope“** (Anstieg kalibrieren). Ein Dialogfeld mit Anweisungen und Befehlsschaltflächen wird geöffnet.
7. Folgen Sie den Anweisungen auf dem Dialogfeld, um die Kalibrierung des Anstiegs der Leitfähigkeitsmesszelle durchzuführen. Der neue Offset-Wert wird ermittelt und als aktueller Wert gespeichert.

HINWEIS **Messen Sie nach dem Kalibrieren die Leitfähigkeit. Der Messwert muss 147,00 ± 2 µS/cm betragen. Wird dieser Wert nicht gemessen, wenden Sie sich an Dionex.**

8. Spülen Sie die KCl-Lösung aus dem System, indem Sie entionisiertes Wasser durch die Messzelle pumpen. Wenn die Leitfähigkeit auf nahe Null gefallen ist, stoppen Sie die Pumpe.
9. Schließen Sie die Pumpe wieder an das Injektionsventil an, und verbinden Sie die Leitung vom Suppressor zum Messzelleneinlass.

5.1.5 Kalibrieren der Flussrate

Kalibrieren Sie die Flussrate, wenn die Genauigkeit der Flussrate für „Operational Qualification“ oder „Performance Qualification“ nicht den Vorgaben entspricht und der Präzisionstest fehlgeschlagen ist.

Erforderliche Elemente:

- Gelbe PEEK-Kapillare mit 0,076 mm ID (P/N 049715) für Rücklaufdruck von 14 ±2 MPa (2000 ±300 psi) (bei Bedarf)
- Hochreines gefiltertes und entionisiertes Wasser vom ASTM Typ I (18 Megohm/cm)
- Analysenwaage zum Wiegen von mehr als 10 g bei einer Ablesbarkeit von 0,001 g
- Messbecher

Zum Kalibrieren:

1. Öffnen Sie das „Wellness“-Steuerfeld des ICS-900 (siehe Abschnitt 5.1).
2. Klicken Sie unter **„Pump Flow Rate Calibration“** (Kalibrierung der Pumpenflussrate) auf **„Calibration Procedure“** (Kalibrierverfahren). Ein Dialogfeld mit Anweisungen und Befehlsschaltflächen wird geöffnet.
3. Folgen Sie den Anweisungen auf dem Dialogfeld, um die Kalibrierung des Anstiegs der Leitfähigkeitsmesszelle durchzuführen. Der neue Offset-Wert wird ermittelt und als aktueller Wert gespeichert.

   HINWEIS Geben Sie das Gewicht des gesammelten Wassers an (in Gramm, genauer in Milligramm).

4. Klicken Sie auf **„Log“** (Protokollieren), um den neuen Kalibrierwert im Verlaufsprotokoll aufzuzeichnen. Dieser Wert wird als aktueller Wert gespeichert.

5.2 Auswechseln der Leitungen und Anschlussstücke

Das ICS-900 ist mit den unten aufgeführten Leitungen und Leitungsbaugruppen ausgestattet.

Leitungsgröße und -typ	Verwendet für
PEEK mit 0,125 mm ID, rot (P/N 044221)	Verbindung des Pulsationsdämpfers der Pumpe mit dem Druckwandler
PEEK mit 0,25 mm ID, schwarz (P/N 042690)	Verbindung zwischen allen anderen Systemkomponenten
Tefzel® mit 0,50 mm ID, hellblau (P/N 035519)	Verbindung vom Injektionsport an der Tür zum Injektionsventil
PEEK mit 0,75 mm ID, grün (P/N 044777)	Verbindungen vom Injektionsventil zum Abfluss, vom Injektionsventil zum Pulsationsdämpfer und von der Messzelle zum Regenerentenbehälter
Teflon® mit 1,6 mm ID, naturfarben (P/N 014157)	Verbindungen vom Suppressorport **„Regen In“** (Regenerenteneinlass) zum Regenerentenbehälter, vom Port **„Regen Out“** (Regenerentenauslass) zum Abfluss, von der Pumpe zum Eluentenbehälter und von der Pumpe zum Abfluss
Microbore-Kapillarensatz (P/N 052324)	Leitungen zum Austauschen der schwarze PEEK-Kapillare (ID 0,25 mm) durch rote Kapillare (ID 0,125 mm), um die Verzögerungsvolumina zu verringern.

- Für die meisten Leitungsverbindungen werden 10-32 Anschlussstücke (P/N 062980) und Hülsen (P/N 043276) verwendet. Befestigungsanforderungen finden Sie im Dokument *Installation of Dionex Liquid Line Fittings* (Dokument Nr. 031432). Die Anleitung befindet sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N053891).
- Für die Verbindung zum MMS 300-Regenerentenport und die Verbindungen zum Eluenten- und Regenerentenbehälter werden 1/8-Zoll-Anschlussstücke (P/N 052267) und -Hülsen (P/N 048949) verwendet.
- Für die Verbindung vom Injektionsport an der Fronttür zum Injektionsbehälter werden 1/16-Zoll-Anschlussstücke (P/N 052230) und -Hülsen (P/N 052231) verwendet.

5.3 Auffinden einer Verengung in den Flüssigkeitsleitungen

Eine Verengung in den Flüssigkeitsleitungen führt zu einem zu hohen Systemgegendruck.

1. Zunächst Elutionsmittel durch das System (einschließlich der Säulen) pumpen.
2. Folgen Sie dem Fließschema des ICS-900 (siehe Abbildung 2-4), und überprüfen Sie das System rückwärts, am Zellenausgang beginnend. Lösen Sie jeweils ein Anschlussstück, und beobachten Sie den Druck. Fällt der Druck bei einem Verbindungsstück ungewöhnlich stark ab, ist dies ein sicherer Hinweis auf eine Verengung.

   Wenn die Verengung einen so hohen Druck verursacht hat, dass das System nicht mehr betrieben werden kann, muss das Fließschema von vorn durchgegangen und jeweils ein Teil nach dem anderen überprüft werden, bis die Stelle mit dem unnormalen Druckanstieg (und damit die Verengung) gefunden wird.
3. Falls sich die Verengung in der Rohrleitung oder einem Anschlussstück befindet, ist sie durch Rückspülen oder durch Auswechseln der Rohrleitung bzw. des Anschlussstückes zu entfernen.

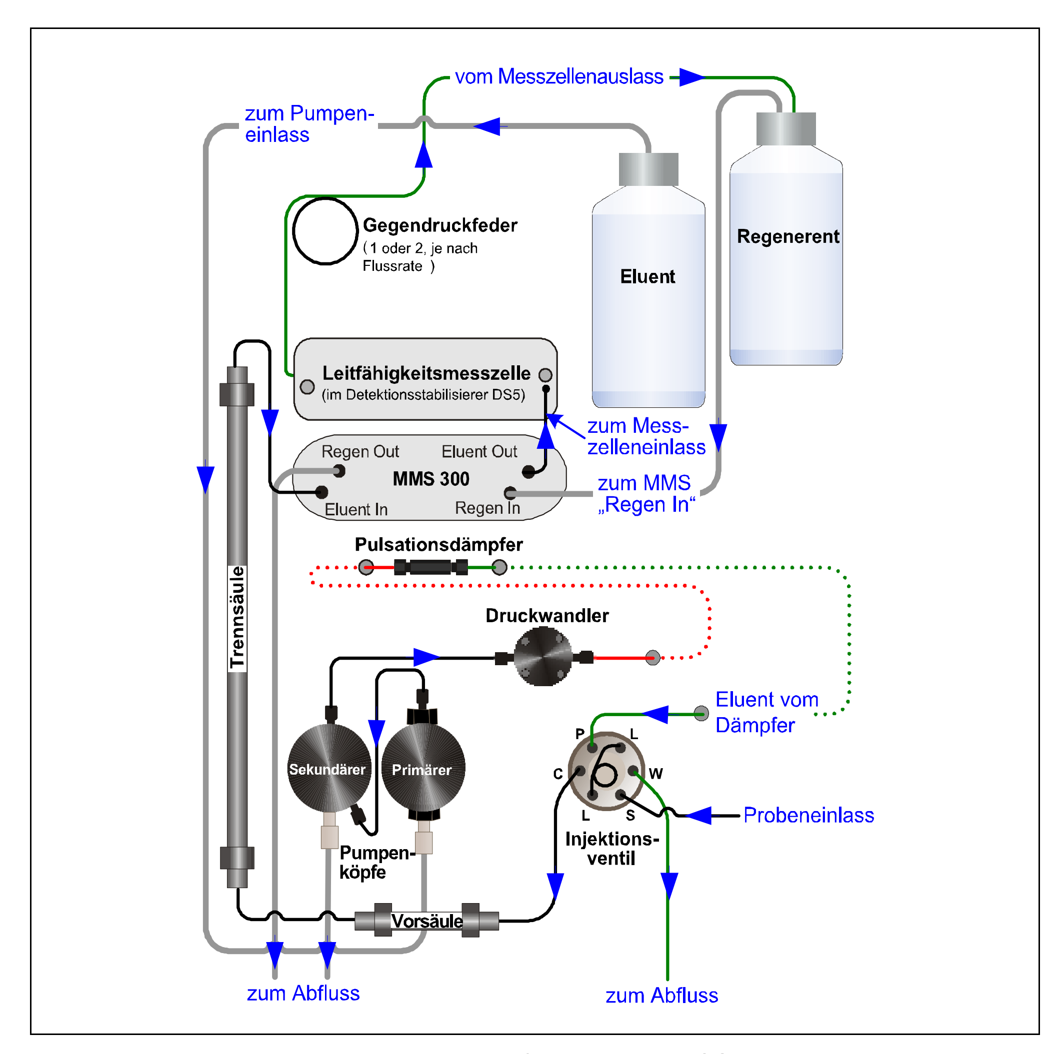


Abbildung 5-5. Fließschema des ICS-900

5.4 Reinigen von Eluentenbehältern

Vor dem Vorbereiten von neuem Elutionsmittel, müssen alle Eluentenbehälter sorgfältig (innen und außen) mit gefiltertem und entionisiertem Wasser vom ASTM Typ I (18 Megohm/cm) gespült werden. Wenn ein Behälter immer noch verunreinigt scheint oder einen Schmierfilm an der Innenseite aufweist, reinigen Sie den Behälter wie unten beschrieben.

1. Entsorgen Sie alle Chemikalien nach den örtlichen geltenden Vorschriften.
2. Spülen Sie den Behälter (innen und außen) mit gefiltertem und entionisiertem Wasser vom ASTM Typ I (18 Megohm/cm) aus.
3. Spülen Sie die Innenseite der Flasche mit Isopropylalkohol oder Methanol.
4. Wenn sich auf dem Behälter ein Schmierfilm aus Algen oder Bakterien gebildet hat, verwenden Sie ein Algicid oder Desinfektionsmittel (z. B. verdünntes Hydrogenperoxid).
5. Spülen Sie Reinigungschemikalien mit gefiltertem und entionisiertem Wasser vom ASTM Typ I (18 Megohm/cm) aus.
6. Trocknen Sie den Behälter in reiner, partikelfreier Luft.

5.5 Auswechseln der Probenschleife

Werkseitig wird das Injektionsventil mit einer 10 µl-Probenschleife (P/N 042949) installiert. Ersetzen Sie die Probenschleife durch eine neue 10 µl-PEEK-Probenschleife, es sei denn, Sie verwenden eine 2-mm-Säule. In diesem Fall finden Sie in der Säulenanleitung Informationen zur erforderlichen Schleifengröße. Säulenanleitungen befinden sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N053891).

1. Schalten Sie die Pumpe über das ICS-900-Steuerfeld aus.
2. Öffnen Sie die Fronttür des ICS-900.
3. Tennen Sie die Probenschleife von den Anschlüssen **L** und **L** auf dem Injektionsventil (siehe Abbildung 5-6).

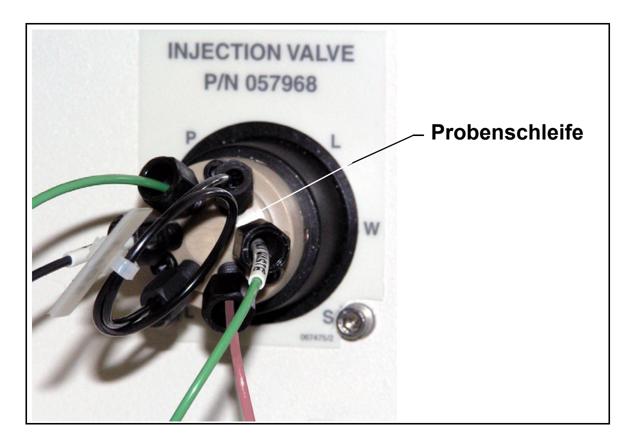


Abbildung 5-6. Injektionsventil des ICS-900

4. Installieren Sie die neue Probenschleife zwischen den beiden Anschlüssen.
5. Stellen Sie sicher, dass die Schleife eng gewunden ist, sodass die Tür problemlos geschlossen werden kann.
6. Schalten Sie die Pumpe über das ICS-900-Steuerfeld ein.
7. Prüfen Sie die Anschlussstücke auf Lecks, und ziehen Sie diese falls erforderlich fest.
8. Schließen Sie die Tür.

5.6 Reinigen und Auswechseln der Pumpenkontrollventile

Ein verunreinigtes Kontrollventil verursacht schwankende Flussraten und Druckwerte. Zudem kann es dazu führen, dass die Pumpe Spülmittel verliert

und/oder ein erneutes Spülen erschwert wird. Wechseln Sie falls erforderlich die verunreinigten Kontrollventile aus. Wenn keine neuen Kontrollventile zur Verfügung stehen, reinigen Sie die Ventile nach der folgenden Anleitung.

So wechseln Sie Kontrollventile aus:

1. Schalten Sie das ICS-900 über den Netzschalter aus, und trennen Sie das Netzkabel ab.
2. Um eine Verunreinigung von Pumpenteilen zu verhindern, ziehen Sie zur Demontage des Pumpenkopfes puderfreie Handschuhe an.
3. Trennen Sie die Anschlussstücke der Leitungen von den Kontrollventileinheiten für Einlass und Auslass auf dem primären Pumpenkopf (siehe Abbildung 5-7).
4. Lockern Sie mit einem 1/2-Zoll-Schlüssel die beiden Kontrollventileinheiten. Entfernen Sie die Kontrollventileinheiten vom Pumpenkopf.

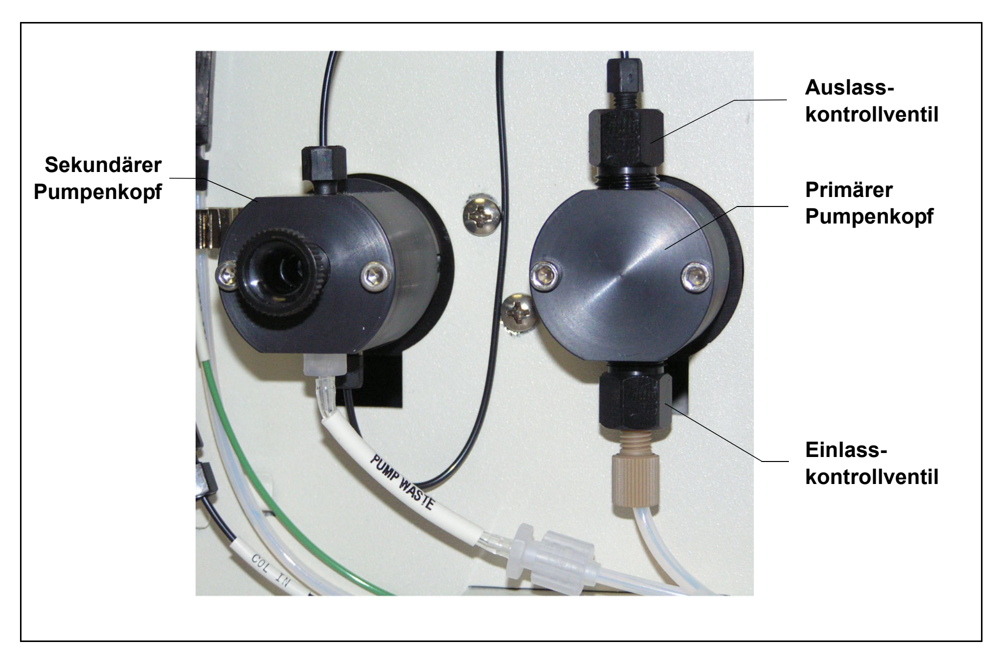


Abbildung 5-7. Pumpenkopf

HINWEIS Das Gehäuse der *Einlass*kontrollventileinheit hat einen 1/4-28-Port. Das Gehäuse der *Auslass*kontrollventileinheit hat einen 10-32-Port.

5. Prüfen Sie bei der neuen Einlasskontrollventileinheit (P/N 045722), dass das Doppellochende der Kartusche sichtbar ist (siehe Abbildung 5-8).

   Wenn das Doppellochende nicht sichtbar ist, entfernen Sie die Kartusche vom Gehäuse, und installieren Sie sie korrekt.

6. Prüfen Sie bei der neuen Auslasskontrollventileinheit (P/N045721), dass das Einzellochende der Kartusche sichtbar ist.

   Wenn das Einzellochende nicht sichtbar ist, entfernen Sie die Kartusche vom Gehäuse, und installieren Sie sie korrekt.

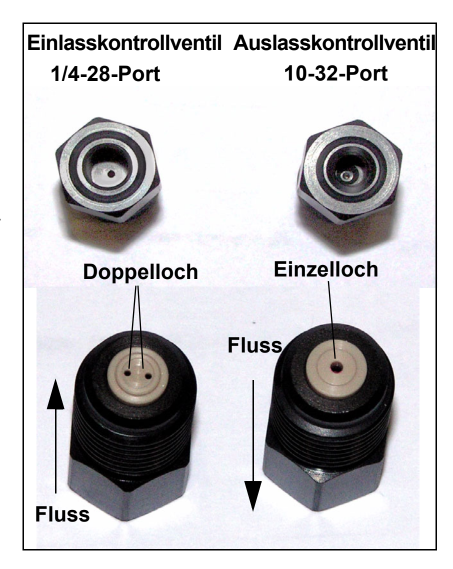


Abbildung 5-8. Kontrollventileinheiten

HINWEIS **Die Pumpe funktioniert nur dann ordnungsgemäß, wenn die Kartusche mit korrekter Ausrichtung im Gehäuse installiert ist. Die Flüssigkeit fließt durch das Prüfventil in das große Einzelloch hinein und aus den kleinen Doppellöchern heraus.**

7. Installieren Sie die Einlasskontrollventileinheit am Boden des primären Pumpenkopfes. Installieren Sie die Auslasskontrollventileinheit oben auf dem Pumpenkopf. Ziehen Sie die Kontrollventile handfest an und danach mit einem Schlüssel noch einmal mit einer viertel bis einer halben Umdrehung fest.



Ein Überdrehen kann zu einer Beschädigung von Pumpenkopf und Kontrollventilgehäuse und zu einem Herausdrücken der Kontrollventildichtungen führen.

8. Schließen Sie die Flüssigkeitsleitungen und das Netzkabel wieder an. Schalten Sie das ICS-900 über den Netzschalter ein.

9. Spülen Sie die Pumpe (siehe Abschnitt 3.6).

10. Wenn das ICS-900 Betriebsdruck erreicht hat, prüfen Sie die Kontrollventile auf Lecks. Falls ein Kontrollventil leckt, ziehen Sie es nur *ein wenig* fester.

So reinigen Sie Kontrollventile:

1. Führen Sie die Schritte Schritt 1 bis Schritt 4 des Auswechselverfahrens der Kontrollventile aus, um die Kontrollventilkartusche vom Ventilgehäuse zu entfernen.
2. Legen Sie das Gehäuse und die Kartusche des Kontrollventils in einen Messbecher mit Methanol. Sonifizieren oder schütteln Sie die Teile einige Minuten lang.
3. Spülen Sie jedes Kontrollventilgehäuse und jede Kartusche sorgfältig mit gefiltertem und entionisiertem Wasser aus.
4. Führen Sie die Schritte Schritt 5 bis Schritt 10 des Auswechselverfahrens der Kontrollventile aus, um die Kontrollventile wieder zu installieren.

5.7 Auswechseln von Kolbendichtung und Sicherheitsdichtung der Pumpe

Beschädigte Dichtungen führen zu Leckstellen am Kolben sowie am Spülgehäuse der Kolbendichtung. Möglicherweise gibt es Probleme beim Spülen der Pumpe, die Flussrate kann instabil sein, und die Basislinie kann Rauschstörungen aufweisen.

Vorbereitung:

1. Spülen Sie den Pumpenflussweg mit entionisiertem Wasser. Lenken Sie den Strom zum Abfluss, indem Sie das Abflussventil auf dem sekundären Pumpenkopf öffnen (siehe Abbildung 5-7). Drehen Sie zum Öffnen des Ventils den Knopf eine halbe Umdrehungen entgegen dem Uhrzeigersinn.
2. Schließen Sie nach dem Spülen das Abflussventil.
3. Um eine Verunreinigung von Pumpenteilen zu verhindern, ziehen Sie zur Demontage des Pumpenkopfes Gummihandschuhe an.

So entfernen Sie Kopf und Kolben:

1. Schalten Sie das System über den Netzschalter aus, und trennen Sie das Netzkabel ab.
2. Trennen Sie alle Leitungsverbindungen zum Pumpenkopf.
3. Lockern Sie mit einem 7/64-Zoll-Inbusschlüssel (P/N 068227) beide Schrauben auf dem Pumpenkopf, dessen Dichtung defekt ist. Entfernen Sie die Schrauben, entfernen Sie danach sorgfältig den Kopf, und legen Sie ihn auf eine saubere Unterlage.
4. Ziehen Sie langsam am Kopf, sodass er vom Gehäuse getrennt werden kann. Lösen Sie den Kopf vorsichtig vom Kolben, indem Sie den Kopf gerade heraus und von den Befestigungsstiften weg ziehen.



Lateral motion while disengaging the pump head from the piston may break the piston.



Un mouvement latéral pendant la séparation de la tête et du piston peut casser le piston.



Vermeiden Sie Seitwärtsbewegungen, wenn Sie den Pumpenkopf vom Kolben lösen. Andernfalls kann der Kolben brechen.

5. Legen Sie den Kopf (hinteres Ende nach unten) auf eine saubere Unterlage.
6. Da der Kolben durch einen Magneten in der Pumpenkopfeinheit gehalten wird, gleitet er nicht automatisch aus dieser heraus. Halten Sie nach dem Entfernen des Pumpenkopfes den Kolbenschaft nahe der Basis fest, neigen Sie den Kolben leicht, und ziehen Sie den Kolben aus der Pumpe.

   Verwenden Sie beim Ausbauen und Wiedereinbauen des Pumpenkopfes Abbildung 5-9 bzw. Abbildung 5-10.

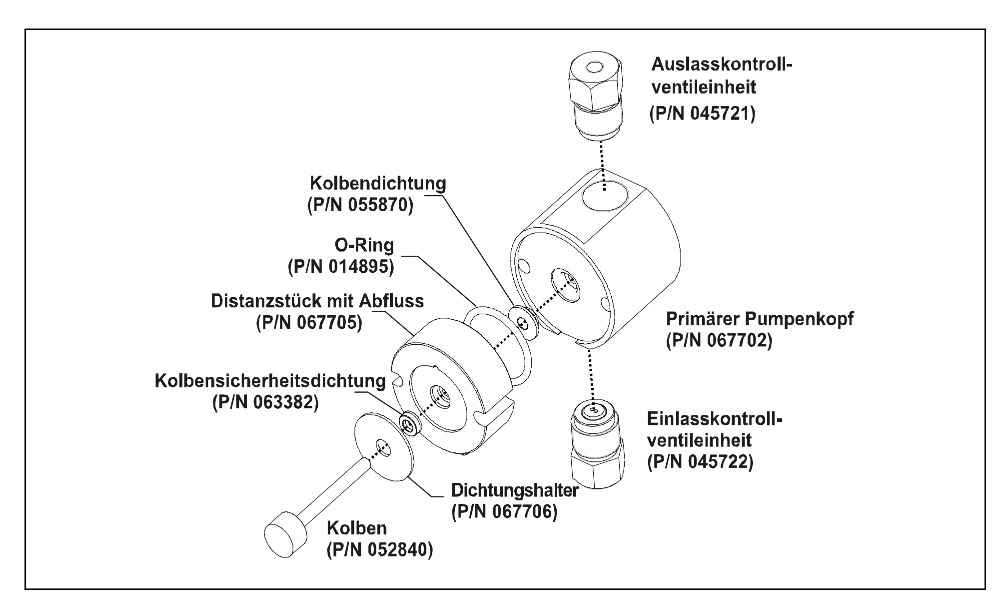


Abbildung 5-9. Primärer Pumpenkopf

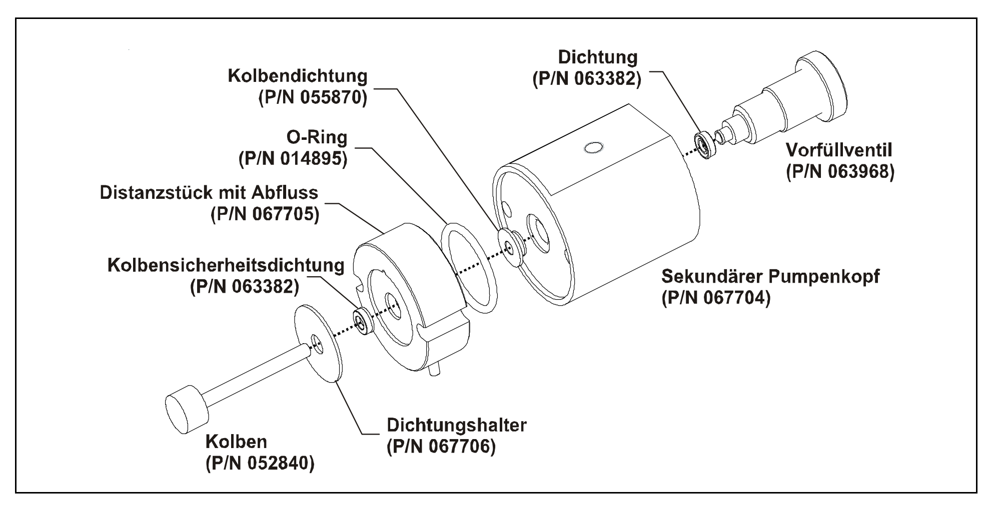
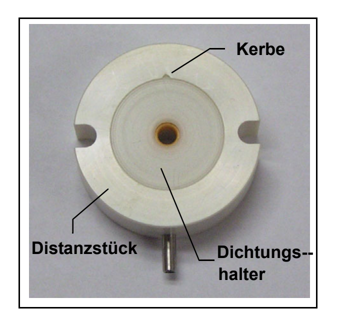


Abbildung 5-10. Sekundärer Pumpenkopf

So installieren Sie die neue Kolbensicherheitsdichtung:

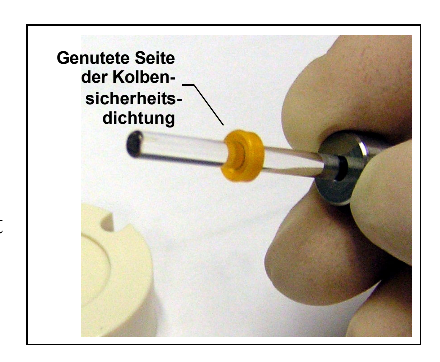
1. Entfernen Sie das Distanzstück vom Pumpenkopf.
2. Um den Dichtungshalter aus dem Distanzstück zu entfernen, verwenden Sie eine der beiden folgenden Methoden:



   - Nehmen Sie den Dichtungshalter in die Handfläche, und blasen Sie gereinigte Laborluft auf das Distanzstück, um den Dichtungshalter herauszudrücken.
   - Führen Sie einen dünnen Gegenstand oder ein spitzes Werkzeug in die schmale Kerbe auf dem Distanzstück ein, und heben Sie den Dichtungshalter vorsichtig heraus. **Achten Sie darauf, dass Sie das Distanzstück nicht zerkratzen**.
3. Führen Sie zum Entfernen der Kolbensicherheitsdichtung vom Distanzstück einen dünnen Gegenstand (z. B. eine gerade gebogene Büroklammer) ein, und heben Sie die Dichtung vorsichtig heraus. **Achten Sie darauf, dass das Distanzstück dabei nicht zerkratzt wird**.

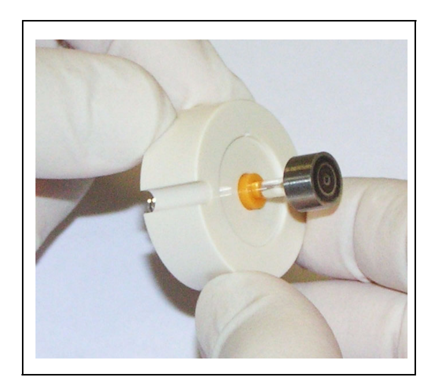
4. So installieren Sie die neue Kolbensicherheitsdichtung:

   a. Halten Sie die neue Kolbensicherheitsdichtung (P/N 063382) mit der genuteten Seite nach unten, und führen Sie den Schaft des Kolbens durch die Dichtung.



   b. Führen Sie den Kolben in das Mittelloch im Distanzstück ein.

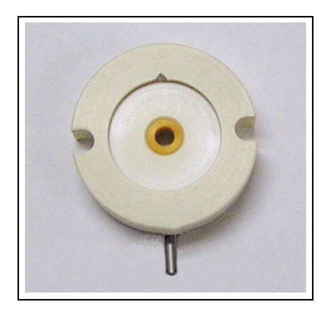
   c. Drücken Sie den Kolben in das Distanzstück, bis der Kolbenkopf bündig am Distanzstück abschließt. Ein Klicken signalisiert, dass die Dichtung korrekt sitzt.



WICHTIG

Die Kolbensicherheitsdichtung besteht aus Weichplastik. Drücken Sie daher nicht mit harten oder scharfen Gegenständen auf die Dichtung, auch nicht mit Fingernägeln. Wenn die Dichtung Einkerbungen oder Risse aufweist, ist kein korrektes Abdichten mehr gewährleistet und Leckstellen können entstehen.

   d. Ziehen Sie den Kolben heraus. Der obere Teil der Dichtung muss bündig mit der Oberfläche des Distanzstücks abschließen.



   e. Drücken Sie den Dichtungshalter auf das Distanzstück.

So entfernen Sie die alte Kolbendichtung vom Kopf:

1. Füllen Sie die Kopfhöhlung mit entionisiertem Wasser, indem Sie Flüssigkeit durch die Kolbenöffnung injizieren.
2. Führen Sie den Kolben wieder ungefähr 3 mm in die Dichtung ein.
3. Wenn es sich um den *primären* Pumpenkopf handelt, installieren Sie eine 10-32-Schraubkappe (P/N 042772) auf dem Auslasskontrollventil. Ziehen Sie die Kappe fest.
4. Wenn es sich um den *sekundären* Pumpenkopf handelt, installieren Sie eine 10-32-Schraubkappe (P/N 042772) sowohl auf dem Einlass- als auch auf dem Auslassport. Ziehen Sie die Kappen fest.
5. Drücken Sie den Kolben in den Kopf. (Dadurch sollte sich die Dichtung hydraulisch vom Kopf abheben.) Entfernen Sie den Kolben, und ziehen Sie die Dichtung ab.

   HINWEIS **Wenn die Kolbendichtung nicht entfernt wird, stellen Sie sicher, dass die 10-32-Schraubkappe(n) festgezogen sind, und fügen Sie dann noch mehr Wasser hinzu. Wenn der Kopf keine Luftblasen mehr enthält, dann wiederholen Sie die Schritte 2 und 5.**

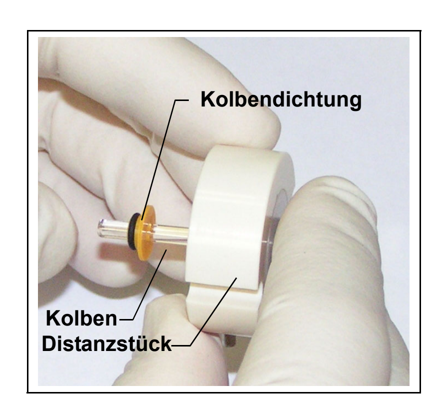
6. Entfernen Sie die 10-32-Schraubkappe(n).

So installieren Sie die neue Kolbendichtung:

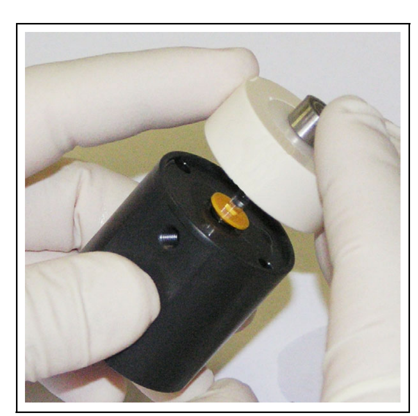
1. Wenn es sich um den *sekundären* Pumpenkopf handelt, öffnen Sie das Abflussventil durch Drehen des Knopfes eine halbe Umdrehung entgegen dem Uhrzeigersinn.

2. Schmieren Sie die Dichtung und den Pumpenkopföffnung mit einer geringen Menge Isopropylalkohol, um das Einführen zu erleichtern.

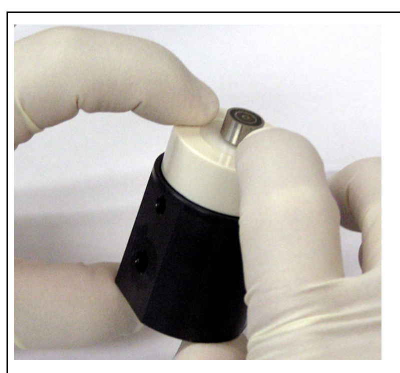
3. Drücken Sie den Kolben durch das Distanzstück und dann durch die neue Kolbendichtung.



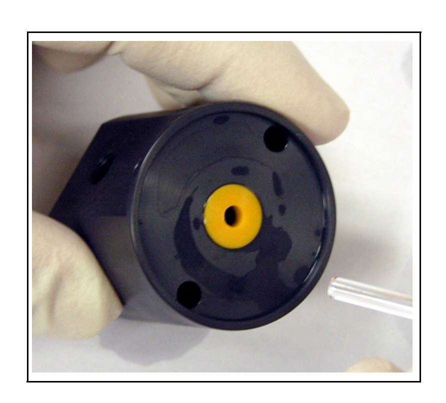
4. Führen Sie Kolben und Dichtung in den Pumpenkopf ein.



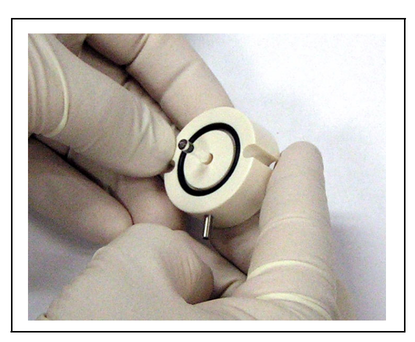
5. Setzen Sie die Dichtung ein. Drücken Sie dazu die Dichtung so in das Distanzstück, dass sie bündig mit dem Kopf abschließt. Ein Klicken signalisiert, dass die Dichtung korrekt sitzt.



6. Entfernen Sie Distanzstück und Kolben, und prüfen Sie, ob die Dichtung bündig mit der Oberfläche des Pumpenkopfes abschließt.



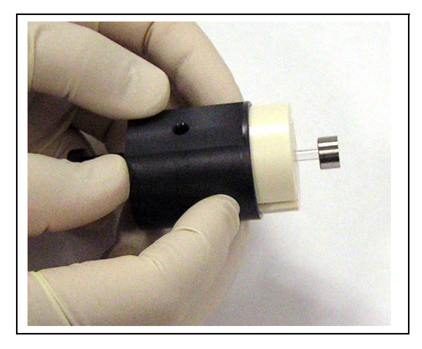
7. Überprüfen Sie, ob der O-Ring im Distanzstück eingesetzt ist.



So installieren Sie wieder Kopf und Kolben:

Dionex empfiehlt, Kopf und Kolben als einzelne Bauelemente zu installieren, sodass sich der Kolben selbstständig mittig auf dem Magnetfeld positionieren kann.

1. Richten Sie das Distanzstück mit montierter Führung vertikal an der Abflussleitung aus, und drücken Sie das Distanzstück in den Kopf, bis es bündig mit der vorgesehenen Oberfläche des Kopfes abschließt.
2. Führen Sie den Kolben soweit ein, so noch ungefähr 1/4 Zoll des Schaftes übersteht. Dadurch wird sichergestellt, dass der Magnet nachfolgend den Kolben aufnimmt. (Nachfolgend wird der Zylinder aufgesetzt, der den Kolben bei seinen Bewegungen in die und aus der Pumpenkopfeinheit in Position hält.)



3. Installieren Sie wieder Kopf- und Kolbeneinheit, und ziehen Sie die Schrauben gleichmäßig fest.

So schließen Sie das Verfahren ab:

1. Schließen Sie alle Flüssigkeitsleitungen wieder am Pumpenkopf an.
2. Schließen Sie das Abflussventil durch Drehen des Knopfes.
3. Schalten Sie das ICS-900 über den Netzschalter ein.
4. Spülen Sie die Pumpe (siehe Abschnitt 3.6).
5. Setzen Sie den Dichtungsverschleißmesser in Chromeleon oder Chromeleon Xpress zurück:
   a. Drücken Sie dazu die Taste **F8**, um das Dialogfeld „Commands“ (Befehle) zu öffnen.
   b. Erweitern Sie die Liste der Befehle unter **„Pump_ECD“**, und blättern Sie zum Befehl **„ResetSealWear“** (siehe Abbildung 5-11).
   c. Wählen Sie den Befehl aus, und klicken Sie auf **„Execute“** (Ausführen).

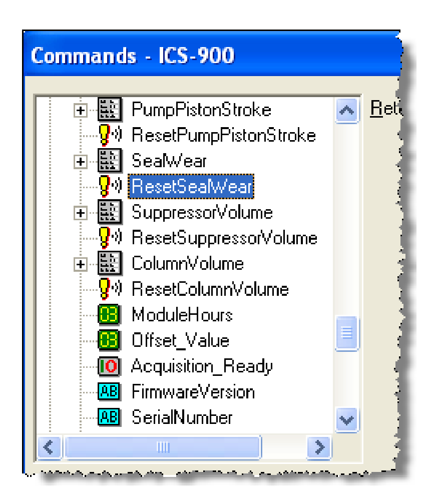


Abbildung 5-11. Rücksetzen des Dichtungsverschleißmessers

5.8 Auswechseln des Pumpenkolbens

Wenn nach der Installation einer neuen Kolbendichtung (und bei fest sitzendem Pumpenkopf) an der Dichtung weiterhin Flüssigkeit austritt, muss von einem verunreinigten, zerkratzten oder gebrochenen Kolben ausgegangen werden.

Führen Sie die in Abschnitt 5.7 beschriebenen Schritte aus, um einen neuen Kolben (P/N 052840) und eine neue Kolbendichtung (P/N 055870) zu installieren. Setzen Sie beim Auswechseln des Kolbens auch stets eine neue Kolbendichtung ein. Setzen Sie nach dem Auswechseln von Kolben und Dichtung den Verschleißmesser und den Hubzähler des Pumpenkolbens zurück.

5.9 Auswechseln der Abflussventildichtung

Eine beschädigte Dichtung führt zu Lecks um die Basis des Abflussventilknopfes herum.

1. Schalten Sie das ICS-900 über den Netzschalter aus.
2. Drehen Sie zum Entfernen des Abflussventils vom Pumpenkopf (siehe Abbildung 5-12) den Knopf entgegen dem Uhrzeigersinn, bis der Knopf locker ist. Ziehen Sie ihn dann gerade aus der Höhlung im Pumpenkopf heraus.

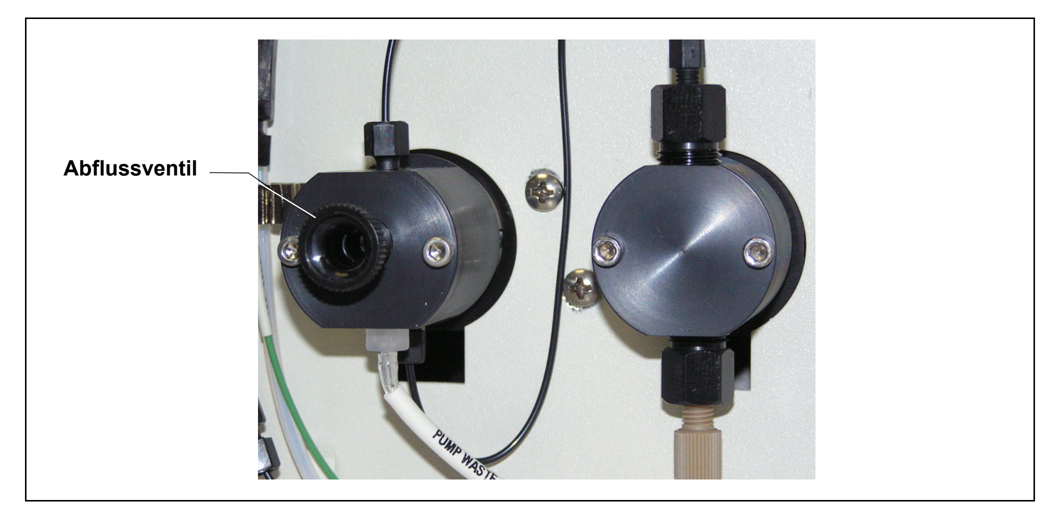


Abbildung 5-12. Abflussventile

3. Wenn die Dichtung in Schritt 2 mit dem Ventilknopf entfernt wurde, ziehen Sie die Dichtung aus dem Ende des Knopfes heraus (siehe Abbildung 5-13). Wenn die Dichtung nicht mit dem Ventilknopf entfernt wurde, führen Sie einen dünnen Gegenstand (z. B. eine gerade gebogene Büroklammer) in die Pumpenkopfhöhlung ein, und heben Sie die Dichtung vorsichtig heraus. **Beschädigen Sie dabei nicht die Höhlung.**

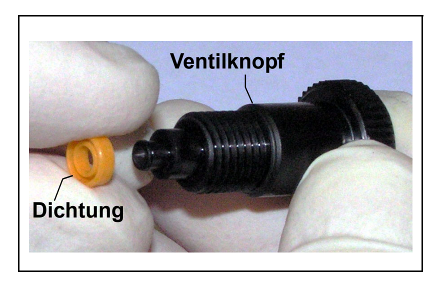


Abbildung 5-13.
Auswechseln der Abflussventildichtung

WICHTIG **Kratzer in der Höhlung können beim Spülen der Pumpe zu Lecks rund um die Knopfbasis führen.**

4. Richten Sie die neue Dichtung (P/N 063382) mit der genuteten Seite weg vom Ventil, und schieben Sie die Dichtung über das Ende des Ventils.
5. Führen Sie das Ventil mit der neuen Dichtung in die Pumpenkopföffnung, und drehen Sie den Knopf im Uhrzeigersinn. Ziehen Sie ihn fingerfest.
6. Schalten Sie das ICS-900 über den Netzschalter ein.
7. Spülen Sie die Pumpe (siehe Abschnitt 3.6).

5.10 Erneuern des Injektionsventils

Dionex empfiehlt, das Injektionsventil jährlich zu erneuern. Der Injektionsventil-Erneuerungssatz (P/N 057896) enthält alle dafür erforderlichen Teile.

HINWEIS **Die Verwendung von Teilen, die nicht von Dionex stammen, können zu einer Verminderung der Ventilleistung führen. Zudem wird die Produktgewährleistung unwirksam.**

1. Schalten Sie die Pumpe aus.
2. Öffnen Sie die Fronttür des ICS-900.
3. Entfernen Sie alle am Injektionsventil angeschlossene Flüssigkeitsleitungen.

4. Führen Sie die Schritte der im Wartungssatz des Injektionsventils bereitgestellten Anleitung durch, um die Rotordichtung, die Isolationsdichtung und die Statorvordereinheit auszuwechseln.

5. Schließen Sie alle Flüssigkeitsleitungen wieder am Injektionsventil an.

6. Schließen Sie die Fronttür des ICS-900.

7. Schalten Sie die Pumpe über das ICS-900-Steuerfeld ein.

8. Setzen Sie den Zähler des Injektionsventilzyklus in Chromeleon oder Chromeleon Xpress zurück:

   a. Drücken Sie dazu die Taste **F8**, um das Dialogfeld „Commands“ (Befehle) zu öffnen.

   b. Erweitern Sie die Liste der Befehle unter **„Pump_ECD“**, und blättern Sie zum Befehl **„ResetInjValveCounter“** (siehe Abbildung 5-14).

   c. Wählen Sie den Befehl aus, und klicken Sie auf **„Execute“** (Ausführen).

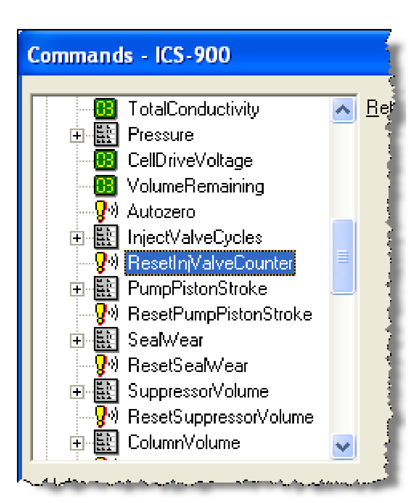


Abbildung 5-14. Rücksetzen des Injektionsventilzählers

5.11 Auswechseln der Leitfähigkeitsmesszelle

1. Schalten Sie das ICS-900 über den Netzschalter aus.
1. Trennen Sie das Netzkabel ab.
2. Öffnen Sie die Fronttür des ICS-900.
3. Trennen Sie die schwarze **„ELUENT OUT“**-Leitung vom **„ELUENT OUT“**-Port auf dem Suppressor ab (siehe Abbildung 5-15).

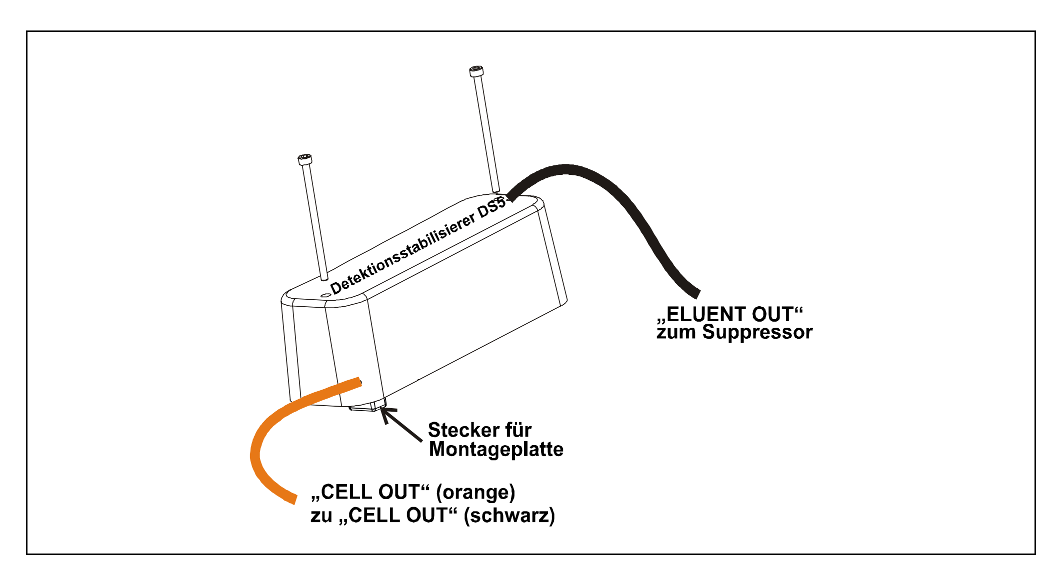


Abbildung 5-15. Leitfähigkeitsmesszelleneinheit

4. Trennen Sie die orange **„CELL OUT“**-Leitung von dem Verbindungsstück ab, das die Leitung mit der schwarzen **„CELL OUT“**-Leitung verbindet.
5. Verwenden Sie einen Innensechskantschlüssel, um die beiden Schrauben oben auf dem Messzellengehäuse zu entfernen.
6. Entfernen Sie die Messzelle, indem Sie sie von der Montageplatte abziehen.
7. Schließen Sie die neue Leitfähigkeitsmesszelle (P/N 067761) an seiner Montageposition an.
8. Setzen Sie die Schrauben wieder oben auf dem Messzellengehäuse ein, und ziehen Sie sie fest.

9. Schließen Sie die orange „**CELL OUT**“-Leitung am Verbindungsstück an, das an der schwarzen „**CELL OUT**“-Leitung angeschlossen ist. Schließen Sie die „**ELUENT OUT**“-Leitung am „**ELUENT OUT**“-Port auf dem Suppressor an.
10. Schließen Sie die Fronttür.
11. Schließen Sie das Netzkabel wieder an, und schalten Sie das ICS-900 ein.
12. Kalibrieren Sie die Messzelle (siehe Abschnitt 5.1.4).

5.12 Auswechseln des Suppressors

Informationen darüber, wann der Suppressor ausgewechselt werden muss, finden Sie in der Suppressoranleitung. Suppressoranleitungen befinden sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N053891).

1. Schalten Sie die Pumpe aus.
2. Öffnen Sie die Fronttür des ICS-900.
3. Trennen Sie die vier Leitungen für Eluent und Regenerent vom Suppressor.
4. Schieben Sie den Suppressor nach links, um ihn von der Montageplatte abzutrennen.
5. Schieben Sie den neuen Suppressor nach rechts, bis er auf der Montageplatte einrastet.
6. Verbinden Sie die vier Leitungen für Eluent und Regenerent mit dem neuen Suppressor.
7. Schließen Sie die Fronttür des ICS-900.
8. Spülen Sie die Pumpe (siehe Abschnitt 3.6).

5.13 Auswechseln der Hauptsicherungen

1. Schalten Sie das ICS-900 über den Netzschalter aus.
1. Trennen Sie das Netzkabel ab.



HIGH VOLTAGE—Disconnect the main power cord from its source and also from the rear panel of the ICS-900.



HAUTE TENSION—Débranchez le cordon d'alimentation principal de sa source et du panneau arrière du ICS-900.



HOCHSPANNUNG – Ziehen Sie das Netzkabel aus der Steckdose und der Netzbuchse auf der Rückseite des ICS-900.

2. Das Fach mit den Sicherungen befindet sich über dem Netzschalter (siehe Abbildung 5-16). Das Sicherungsfach wird mit einer kleinen Lasche in seiner Position gehalten. Drücken Sie mit einem kleinen Schraubendreher die Lasche erst *hinein* und dann nach *oben*, um das Sicherungsfach freizugeben.
3. Ziehen Sie das Sicherungsfach aus der Rückplatte, und entfernen Sie die alten Sicherungen.
4. Ersetzen Sie die beiden Sicherungen durch neue flinke IEC 127-Sicherungen mit 3,15 A (P/N 954745). Dionex empfiehlt, immer *beide* Sicherungen auszuwechseln.



Abbildung 5-16. Sicherungsfach

5. Führen Sie das Sicherungsfach in die Rückplatte ein, und drücken Sie, bis das Fach einrastet.
6. Schließen Sie das Netzkabel wieder an, und schalten Sie das System ein.

A • Technische Daten

A.1 Elektrische Eigenschaften

Strom	90 bis 265 VAC, 47 bis 63 Hz (autom. Anpassung der Stromversorgung; keine manuelle Anpassung von Spannung und Frequenz erforderlich) Max. Eingangsleistung: 90 W Max. Leistungsaufnahme: 1,5 A
Sicherungen	Zwei flinke IEC 127-Sicherungen mit 3,15 A (P/N 954745)

A.2 Physikalische Eigenschaften

Abmessungen	Höhe ohne Behälter: 32,13 cm Höhe mit Behälter und Kappenleitung: 59,63 cm Breite: 23,23 cm Tiefe: 39,73 cm
Gewicht	14 kg
Geräuschpegel	< 53 dBA

A.3 Umgebungsbedingungen

Betriebs-temperatur 10 bis 35 °C

Feuchtigkeit 5 % bis 95 % relative Luftfeuchtigkeit, nichtkondensierend

A.4 Frontplatte

Betriebs-leuchtanzeigen Die Leuchtanzeigen des ICS-900 informieren über den Betriebsstatus:

- **Power (Strom)**

  Aus: Kein Strom

  Ein: Strom liegt an

- **Ready (Bereit)**

  Aus: Nicht mit Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress verbunden

  Ein: Systemprüfung war erfolgreich, und das ICS-900 ist mit Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress verbunden

  Blinken: Systemprüfung fehlgeschlagen (wenn Systemprüfung länger als 10 Minuten erfolglos ausgeführt wird)

- **Run (Ausführung)**

  Aus: Keine Ausführung

  Ein: Ausführung/Datenerfassung läuft

  Blinken: Fehler/Warnung (einschließlich Fehler bei Injektionsventilstellung)

A.5 Rückplatte

Verbindungs-anzeige

Die Verbindungsanzeige informiert über den Kommunikationsstatus zwischen dem ICS-900 und Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress:

Aus: Es besteht keine Kommunikationsverbindung zwischen dem ICS-900 und Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress.

Ein: Die Kommunikationsverbindung zwischen dem ICS-900 und Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress ist aktiviert, aber es werden keine Daten empfangen/gesendet.

Blinken: Die Kommunikationsverbindung zwischen dem ICS-900 und Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress ist aktiviert, aber es werden keine Daten empfangen/gesendet.

A.6 Pumpe

Typ

Doppelkolben (seriell), variable Geschwindigkeit, 100 µl pro Umlauf

Flussrate

Programmierbarer Bereich: 0,01 bis 5,00 mL/min, in Schritten von 0,01
Optimaler Betriebsbereich: 0,20 bis 3,0 mL/min

Max. Betriebsdruck

35 MPa (5000 psi)

A.7 Detektor

Bereich	Bereich des Digitalsignals von 0 bis 500 µS oder von 0 bis 10.000 µS (vom Anwender auszuwählen)
Temperaturkompensation	Voreinstellung für genaue Ablesung bei 40 ºC
Zellenantrieb	8 kHz Rechtecksignal
Auto-Offset	-999 bis 999 µS
Steuerung und Datenprüfung	Erfolgt über die Software Chromeleon oder Chromeleon Xpress, Kommunikation mit dem ICS-900 über USB (Universal Serial Bus)
Linearität	1%

A.8 Leitfähigkeitsmesszelle

Messzellenkörper	PEEK
Elektroden	Passiviertes 316er Edelstahl
Aktives Volumen	1 µl
Max. Druck	2,0 MPa (300 psi)
Temperatur	Geregelt bei 40 ºC

A.9 Injektionsventil

Injektionsventil	Zwei Positionen, sechs Anschlüsse, elektrisch aktiviertes Rheodyne-Ventil mit PEEK-Komponenten zum Benetzen

A.10 Verzögerungsvolumen

System gesamt	<5 mL

Teilenummer	Element
	Pumpe
067701	Primärpumpenkopfeinheit
067703	Sekundärpumpenkopfeinheit
045721	Auslasskontrollventileinheit, 10-32
045722	Einlasskontrollventileinheit, 1/4-28
055870	Kolbendichtung
014895	O-Ring
063382	Kolbensicherheitsdichtung
067706	Dichtungshalter
052840	Kolben
	Probenschleife und Injektionsventil
042949	10 µl Probenschleifeneinheit
057896	Injektionsventil-Erneuerungssatz
024305	Luer-Adapteranschlussstück, 1/4-28 (für manuelle Injektion)
	Reagenzbehältersätze
062510	Eluentenbehältersatz (inklusive Stopfen und Kappe)
068222	Anionen-Regenerentenbehältersatz (inklusive Stopfen und Kappe)
068223	Kationen-Regenerentenbehältersatz (inklusive Stopfen und Kappe)
059068	O-Ring für Eluenten- oder Regenerentenbehälterstopfen

Teilenummer	Element
	Reagenzien
057559	Anionen-Regenerentenkonzentrat (75 mL von 2,0 N Schwefelsäure)
057555	Viererpack mit Anionen-Regenerentenkonzentrat
057561	Kationen-Regenerentenkonzentrat (100 mL von 2,06 M TBAOH)
057556	Viererpack mit Kationen-Regenerentenkonzentrat
	Suppressoren und Messzelle
064558	Suppressor AMMS® 300, 4 mm
064559	Suppressor AMMS® 300, 2 mm
064560	Suppressor CMMS® 300, 4 mm
064561	Suppressor CMMS® 300, 2 mm
067761T	Leitfähigkeitsmesszelle und Detektionsstabilisierer DS5
052324	Microbore-Kapillarensatz

C • TTL- und Relaissteuerung

Auf der Rückplatte des ICS-900 befindet sich eine 12-Pin-Anschlussleiste für die TTL/Relais-Steuerung. Die Anschlussleiste verfügt über zwei Relaisausgänge, zwei TTL-Ausgänge und vier TTL-Eingänge (siehe Abbildung C-1).

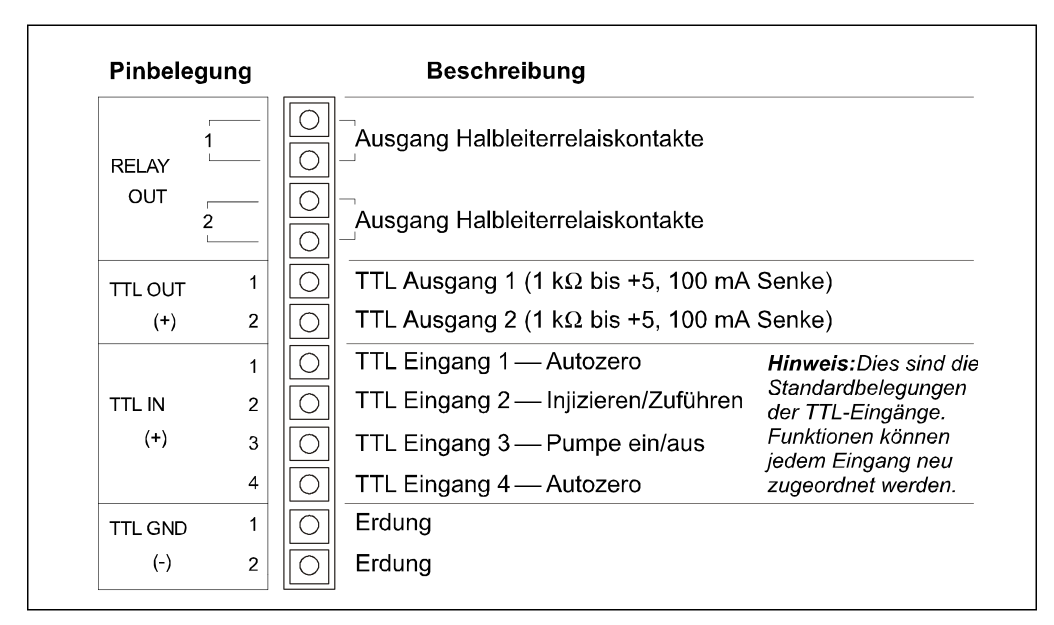


Abbildung C-1. TTL- und Relaisanschlussleiste auf der Rückplatte



Relaisladungen von über 200 mA oder mit eingeschlossenen Spannungen von über 60 V können zur Beschädigung des Relaistreibers auf dem CPU-Board des Instruments führen.

TTL- und Relaisausgänge können zur Steuerung von Funktionen externer Geräte, wie einem Autosampler oder von weiteren Dionex-Modulen, verwendet werden. Relaisausgänge 1 und 2 können für die Niederspannungsregelung programmiert werden. Schaltströme müssen kleiner als 200 mA mit Spitzen von weniger als 60 V sein.

Die Relaisausgänge 1 und 2 können so konfiguriert werden, dass sie sich bei aktivem Pumpenfluss schließen und sich bei gestopptem Pumpenfluss öffnen. So wird sichergestellt, dass das angeschlossene Gerät ausgeschaltet wird, wenn

der Pumpenfluss gestoppt wird. Weitere Informationen dazu finden Sie in Abschnitt C.3.

Bei Anschluss an ein Steuerungsgerät können die Eingänge zur Ausführung folgender Funktionen des ICS-900 programmiert werden:

- Schalten der Injektionsventilstellung (Zuführen/Injizieren)
- Rücksetzen der Leitfähigkeit auf Null (Autozero)
- Ein-/Ausschalten der Pumpe

C.1 Anschließen eines TTL oder Relais

1. Entnehmen Sie den 12-Pin-Anschlussstecker (P/N 923686) (siehe Abbildung C-2) dem ICS-900-Liefersatz (P/N 067768).

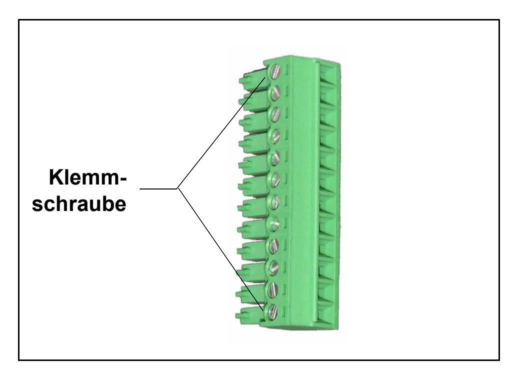


Abbildung C-2. 12-Pin-Anschlussstecker

2. Entnehmen Sie dem Liefersatz des Dionex-Instruments die verdrillten Leitungen (P/N 043598), die zur Verbindung mit dem ICS-900 verwendet werden.
3. Führen Sie diese grundlegenden Schritte aus, um den TTL-Schaltkreis oder das Relais anzuschließen.

   a. Schließen Sie für jeden TTL-Schaltkreis oder jedes Relais einen aktiven Draht (rot) und einen Erdungsdraht (schwarz) an die entsprechende Pinposition auf dem 12-Pin-Anschlussstecker an. Die Pinbelegung können Sie Abbildung C-1 oder den Bezeichnungen auf der Rückplatte des ICS-900 entnehmen.

   Um einen Draht mit der Steckerleiste zu verbinden, begradigen Sie bei Bedarf das Ende des Drahts, führen Sie den Draht in den Stecker ein, und ziehen Sie die Klemmschraube mit einem Schraubendreher fest. Sie können mehrere Erdungsdrähte an einem einzelnen TTL-Eingangs/Ausgangserdungspin anschließen.



Beim Anschließen von Drähten am Anschlussstecker müssen Sie aufpassen, dass keine Adern des Drahts abstehen und dadurch einen Kurzschluss an der angrenzenden Steckerposition verursachen.

b. Stecken Sie den Stecker in den 12-Pin-Anschluss auf der Rückplatte des ICS-900 ein.

c. Verbinden Sie die Drähte des ICS-900-Anschlusssteckers mit den TTL- oder Relaisanschlusspins auf dem anderen Modul. Zusätzliche Anschluss-stecker erhalten Sie zusammen mit dem jeweiligen Dionex-Modul.

HINWEIS Prüfen Sie die Polung jeder Verbindung. Verbinden Sie die Signaldrähte mit den Signalpins (+) und die Erdungsdrähten mit den Erdungspins (-).

4. Wenn Sie einen TTL-Eingang verbinden, achten Sie auf den korrekten Eingangssteuerungsmodus und die Zuordnung der Funktion zu diesem Eingang. Wählen Sie die passenden Einstellungen aus (siehe Abschnitt C.2).
5. Wenn Sie einen TTL-Ausgang angeschlossen haben, den Sie ausschalten möchten, wenn der Pumpenfluss unterbrochen ist, müssen Sie im Serverkonfigurationsprogramm von Chromeleon die Option **„Flow Zero“** (Nullfluss) aktivieren (siehe Abschnitt C.3).

C.2 Auswählen von Steuerungsmodi und -funktionen für den TTL-Eingang

So wählen Sie für einen TTL-Eingang Steuerungsmodus und -funktion aus:

1. Starten Sie das Serverkonfigurationsprogramm von Chromeleon. Klicken Sie dazu auf der Windows-Taskleiste auf **„Start“**, und wählen Sie **„Alle Programme“** (oder **„Programme“**) **> „Chromeleon“ > „Server Configuration“** aus.
2. Klicken Sie in der Zeitbasis mit der rechten Maustaste auf das ICS-900-Gerät, und wählen Sie **„Properties“** (Eigenschaften) aus.

3. Klicken Sie auf die Registerkarte **„TTL Inputs“** (TTL-Eingänge) (siehe Abbildung C-3).

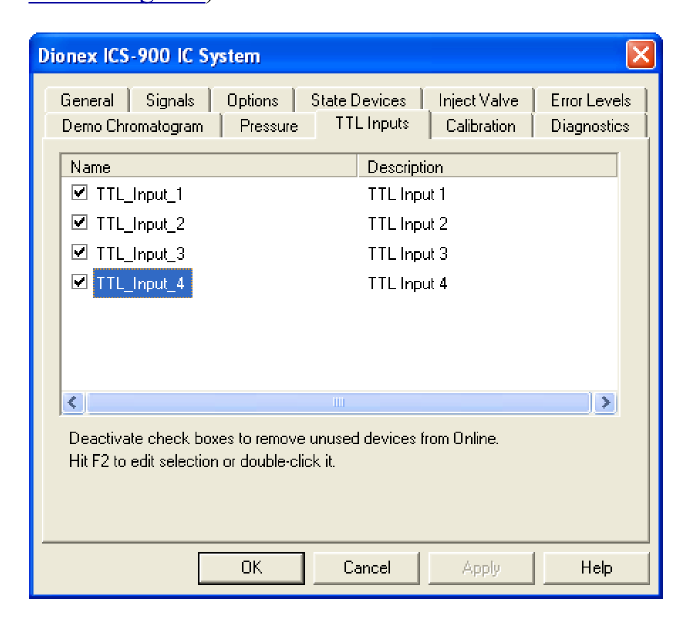


Abbildung C-3. Serverkonfiguration des ICS-900: Registerkarte „TTL-Eingänge“

4. Doppelklicken Sie auf den Namen des TTL-Eingangs, oder wählen Sie den Name aus, und drücken Sie die Taste **F2**. Das Dialogfeld „Device Configuration" (Gerätekonfiguration) wird angezeigt (siehe Abbildung C-4).

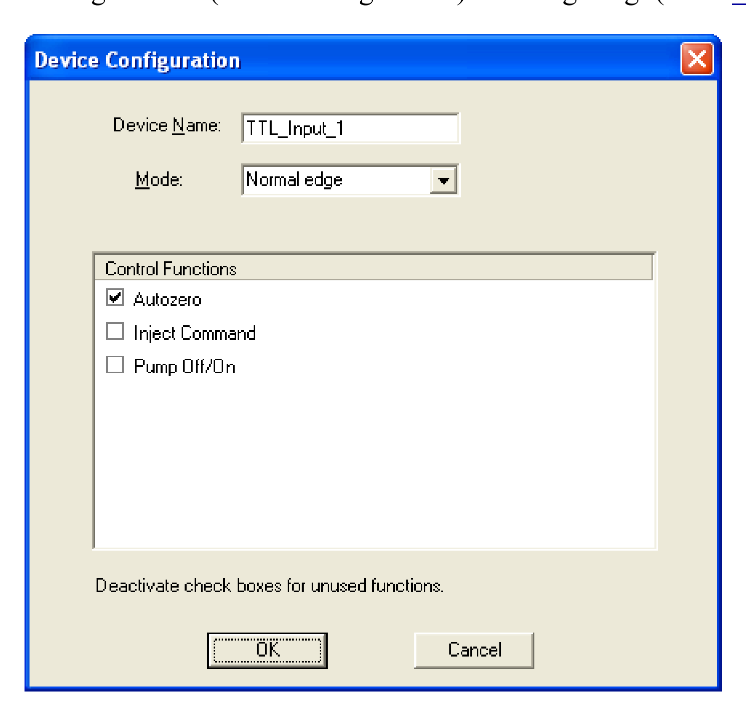
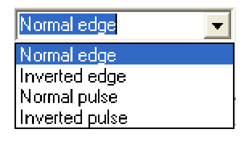


Abbildung C-4. Serverkonfiguration des ICS-900: Konfiguration des TTL-Eingangs

5. Wählen Sie den gewünschten **„Modus"** und unter **„Control Function"** die gewünschte Steuerungsfunktion aus.

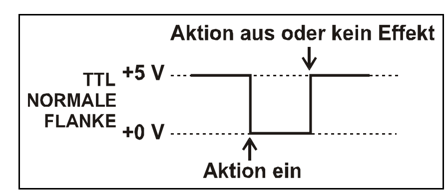
Steuerungsmodi für den TTL-Eingang



Die TTL-Eingänge des ICS-900 antworten auf vier Signaltypen, sodass unterschiedliche Steuerungsgeräte verwendet werden können. Der Standardsteuerungsmodus ist **„Normal Edge"**. Dieser ist mit den von Dionex-Modulen bereitgestellten Ausgangssignalen kompatibel.

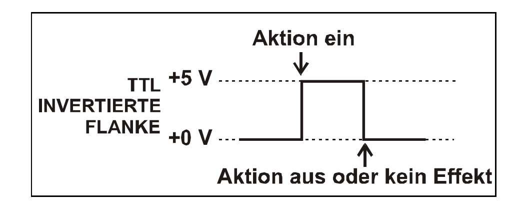
Wenn das am ICS-900 angeschlossene Gerät kein normales Rechtecksignal sendet, müssen Sie einen passenden Steuerungsmodus auswählen. Verwenden Sie zur Auswahl des korrekten Typs die dem Steuerungsgerät beigefügte Dokumentation und die unten aufgeführten Informationen.

- *Normal Edge*: Im Normalflankenmodus wird die Funktion bei negativer (fallender) Flanke eines Signals eingeschaltet. Beispiele: Bei der Funktion **„Inject Command“** (Zuführen/Injizieren) wird bei negativer Flanke das Injektionsventil in Ladeposition geschaltet. Bei der Funktion **„Pump On/Off“** (Pumpe ein/aus) wird bei negativer Flanke die Pumpe eingeschaltet. Bei der Funktion **„Autozero“** wird bei negativer Flanke der Autozero-Befehl ausgeführt.

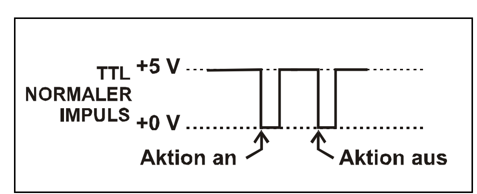


  Die bei positiver (steigender) Flanke ausgelöste Aktion hängt von der Funktion ab. Beispiele: Bei der Funktion **„Inject Command“** (Zuführen/Injizieren) wird bei positiver Flanke das Injektionsventil in Injektionsstellung geschaltet. Bei der Funktion **„Pump On/Off“** (Pumpe ein/aus) wird bei positiver Flanke die Pumpe ausgeschaltet. Bei der **„Autozero“**-Funktion hat die positive Flanke keine Wirkung.

- *Inverted Edge*: Der Modus mit invertierter Flanke funktioniert wie der Normalflankenmodus, nur dass die Effekte von positiver und negativer Flanke vertauscht sind.

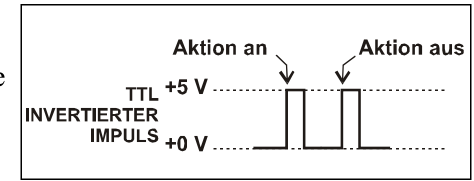


- *Normal Pulse*: Im Normalimpulsmodus ist die negative Flanke des TTL-Signals die aktive Flanke. Die positive Flanke hat keine Wirkung.



  Ein Impuls mit einer Breite von 50 ms oder mehr wird garantiert erkannt. Ein Impuls mit einer Breite von 4 ms oder weniger wird garantiert nicht erkannt. Für Impulsbreiten von mehr als 4 ms und weniger als 50 ms sind keine Aktionen definiert.

- *Inverted Pulse*: Der Modus mit invertiertem Impuls funktioniert wie der Normalimpulsmodus, nur dass die Effekte von positiver und negativer Flanke vertauscht sind.



C.3 Konfigurieren der Relaisausgänge 1 oder 2 zur Reaktion auf den Pumpenfluss

Relaisausgang 1 oder 2 kann so konfiguriert werden, dass er sich entsprechend des Pumpenflusses öffnet und schließt. Dadurch kann ein angeschlossenes Zusatzgerät eingeschaltet werden, wenn der Pumpenfluss startet, und ausgeschaltet werden, wenn der Fluss stoppt.

1. Starten Sie das Serverkonfigurationsprogramm von Chromeleon. Klicken Sie dazu auf der Windows-Taskleiste auf **„Start“**, und wählen Sie **„Alle Programme“** (oder **„Programme“**) > **„Chromeleon“** > **„Server Configuration“** aus.
2. Klicken Sie in der Zeitbasis mit der rechten Maustaste auf das ICS-900-Gerät, und wählen Sie **„Properties“** (Eigenschaften) aus.
3. Klicken Sie auf die Registerkarte **„State Devices“** (Statusgeräte) (siehe Abbildung C-5).

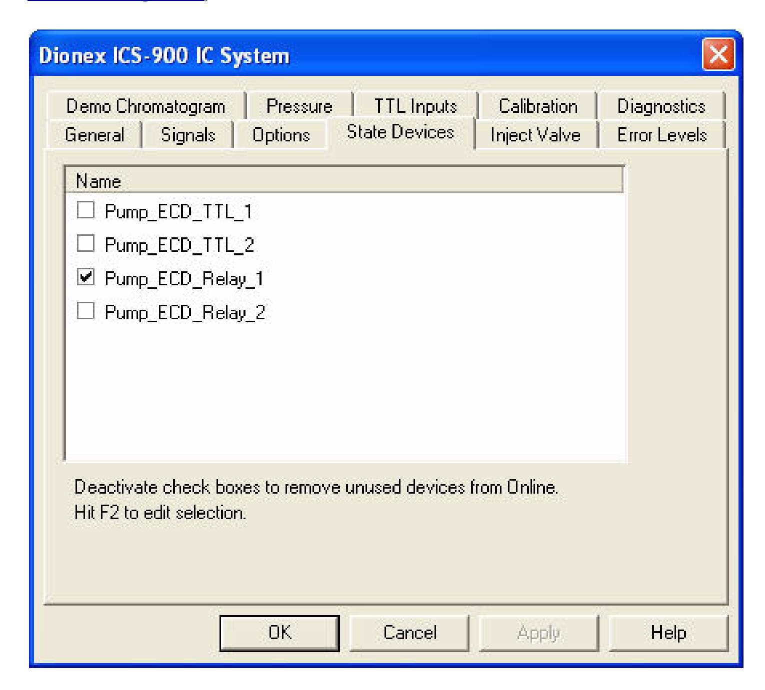


Abbildung C-5. Serverkonfiguration des ICS-900: Registerkarte „Statusgeräte“

4. Wählen Sie den Namen des Relaisausgangs aus (**„Pump_ECD_Relay_1“** oder **„Pump_ECD_Relay_2“**), und drücken Sie die Taste **F2**, um das Dialogfeld „Device Configuration“ (Gerätekonfiguration) zu öffnen (siehe Abbildung C-6).

   HINWEIS Wählen Sie „Pump_ECD_Relay_2“ aus, wenn an „Pump_ECD_Relay_1“ bereits ein AS40 angeschlossen ist.

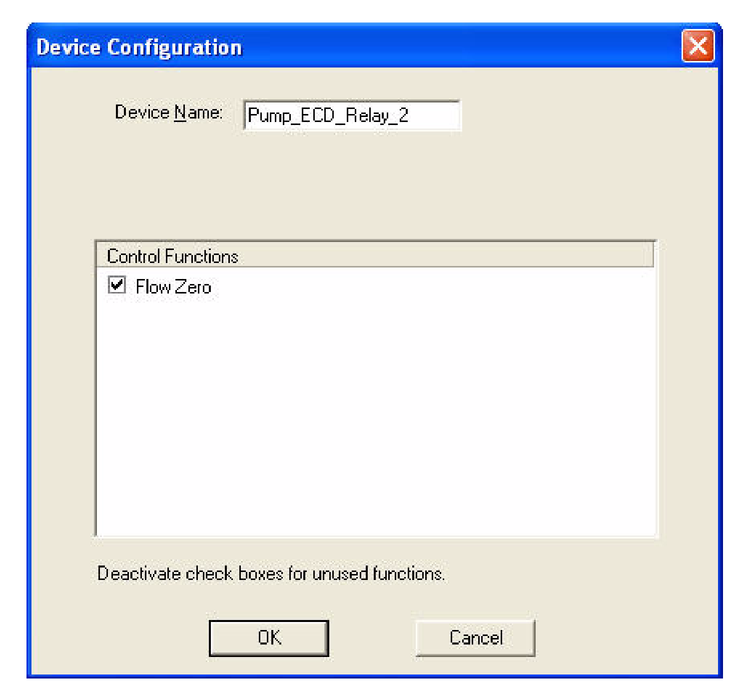


Abbildung C-6. Serverkonfiguration des ICS-900: Konfiguration des Nullflusses

5. Aktivieren Sie das Kontrollkästchen **„Flow Zero“** (Nullfluss), und klicken Sie auf **„OK“**.

   Das ICS-900 wird nun diesen Relaisausgang öffnen, wenn der Pumpenfluss stoppt, und ihn schließen, wenn der Fluss startet. Das Relais kann also verwendet werden, um ein angeschlossenes Zusatzgerät auszuschalten und mit dem Pumpenfluss einzuschalten.

Wenn Sie diesen Relaisausgang für eine andere Funktion verwenden möchten, deaktivieren Sie das Kontrollkästchen. Der Relaisausgang wird dann von Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress gesteuert (siehe Abschnitt C-4).

C.4 Steuern von TTL- und Relaisausgängen

Das ICS-900 verfügt über zwei TTL-Ausgänge und zwei Relaiskontakte, mit denen Funktionen externer Geräte wie die eines Autosamplers gesteuert werden können. Die Relaisausgänge können zum Schalten von Niederspannungsreglern verwendet werden. Schaltströme müssen kleiner als 200 mA sein und Spitzen von 60 V blockieren. Die Relaiskontaktverschlüsse sind normalerweise geöffnet. Wenn das Relais geschlossen ist, fließt Strom zu den angeschlossenen Geräten.



Relaisladungen von über 200 mA oder mit eingeschlossenen Spannungen von über 60 V können zur Beschädigung des Relaistreibers auf der CPU-Karte führen.

An den TTL-Ausgängen liegt eine Spannung von 5 Volt an. Bei Änderung des TTL-Ausgangs auf 0 Volt wird die Aktion auf dem angeschlossenen Gerät ausgeführt.

Sie können den Status von TTL- oder Relaisausgängen steuern, indem Sie entweder direkt einen Befehl über das Dialogfeld „Commands“ (Befehle) in Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress ausführen oder die Befehle in ein Programm einbinden.

So steuern Sie TTL- und Relaisausgänge direkt:

1. Drücken Sie dazu die Taste **F8**, um das Dialogfeld „Commands“ (Befehle) zu öffnen.
2. Erweitern Sie die Befehlsliste unter **„Pump_ECD“**, und wählen Sie den Namen des TTL- oder Relaisausgangs aus. Führen Sie dann den gewünschten Befehl aus (siehe Beispiel in Abbildung C-7).

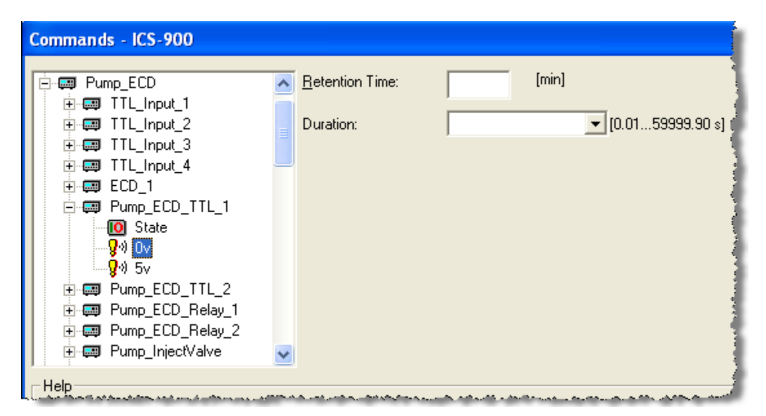


Abbildung C-7. Chromeleon-Dialogfeld mit Befehlen: Beispiel für den Steuerungsbefehl eines TTL-Ausgangs

So programmieren Sie die Steuerung von TTL- und Relaisausgängen:

Fügen Sie Befehle zum Steuern der TTL- und Relaisausgänge zum Chromeleon- bzw. Chromeleon Xpress-Programme hinzu. Sie können die Befehle auf der Seite **„Relay and State Devices“** (Relais- und Statusgeräte) des Programmeditors oder Programmassistenten (siehe Abbildung C-8) eingeben.

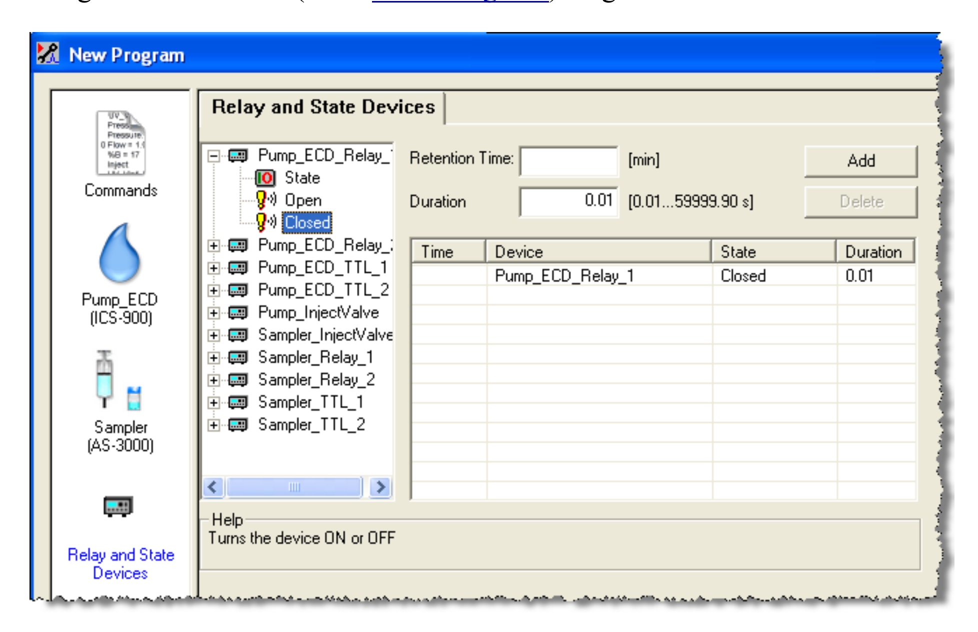


Abbildung C-8. Programmeditor von Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress: Beispiel für den Steuerungsbefehl eines Relaisausgangs

C.5 Steuern eines automatischen Samplers AS40 über ein Relais

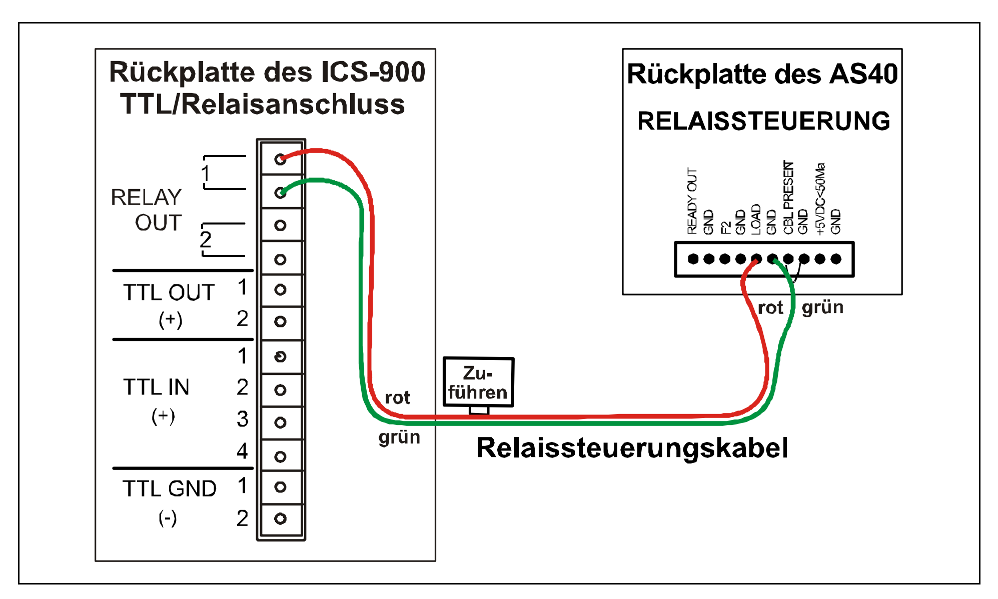


Abbildung C-9. Beispiel für den Anschluss eines Autosamplers AS40

Abbildung C-10 zeigt Beispielbefehle zur Steuerung von „Relay Out 1“ auf dem ICS-900. Dieses Relais wird mit dem „Load“-Relais des AS40 verbunden. Der Befehl **„Pump_ECD_Relay_1.Closed“** schließt „Relay Out 1“, mit dem der Probenzuführzyklus des AS40 gestartet wird. Nach 138 Sekunden

(**„Duration=138.00“**) ist der AS40-Zuführzyklus abgeschlossen und das Relais geöffnet.

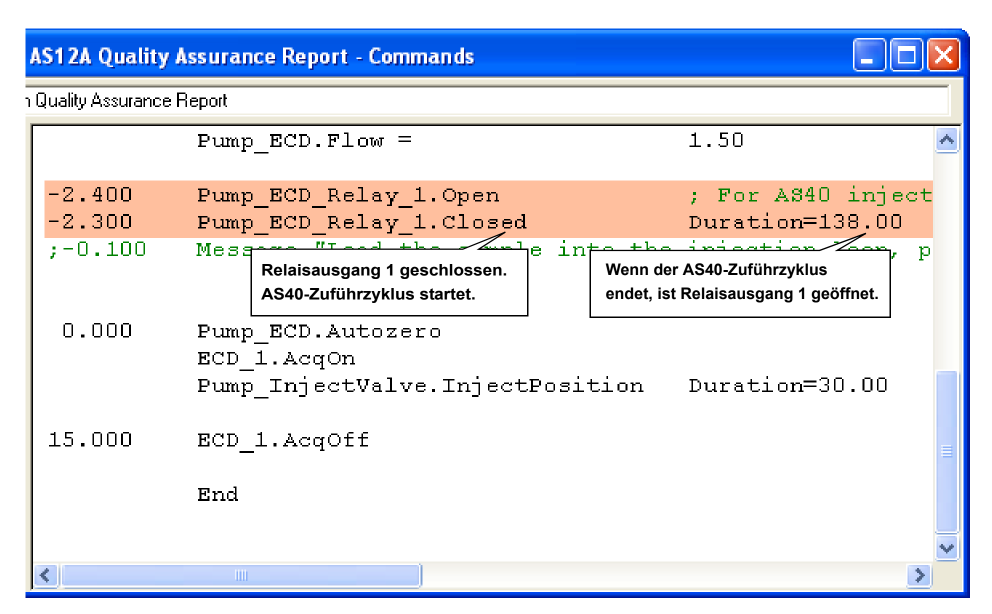


Abbildung C-10. Beispielprogramm zur Steuerung des AS40

D • FAQ

D.1 Wie wird der Autosampler AS40 angeschlossen?

Eine Anleitung zum Anschließen eines AS40 an das ICS-900 finden Sie in der *Installationsanleitung zum Ionenchromatographiesystem ICS-900* (Dokument Nr. 065214). Sie können auch das Dokument *AS40 Automated Sampler Operator's Manual* (Dokument Nr. 034970) verwenden. Die Anleitungen befinden sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N 053891).

D.2 Wie häufig sollte eine Kalibrierung ausgeführt werden?

Kalibrieren Sie das System alle sechs Monate oder nach dem Auswechseln einer der Kernkomponenten wie Trennsäule, Messzelle oder Suppressor neu.

D.3 Warum verschieben sich die Retentionszeiten?

Die Retentionszeiten können sich verschieben, wenn der Pumpenfluss unregelmäßig ist, oder wenn Säule oder Eluent verunreinigt sind. Informationen zur Behandlung von Problemen mit der Pumpenflussrate finden Sie in Abschnitt 4.6. Wenn die Ursache in einer verunreinigten Säule vermutet wird, reinigen Sie die Säule wie in der Säulenanleitung beschrieben. Säulenanleitungen befinden sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N053891).

Änderungen in der Umgebungstemperatur können ebenfalls Auswirkungen auf die Peakretentionszeiten haben. Der Effekt variiert mit dem verwendeten Säulentyp, ist aber besonders bei bestimmten Kationenanalysen zu beobachten. Die Stärke des Effekts hängt vom Analyt ab und verhält sich proportional zu den Temperaturänderungen, denen die Säule ausgesetzt ist.

D.4 Wie können Retentionszeiten angepasst werden?

Retentionszeiten werden während der Kalibrierung berechnet. Der Parameter **„Use Recently Detected Retention Time“** (Zuletzt ermittelte Retentionszeit

verwenden) im QNT Editor von Chromeleon (Registerkarte **„General“** (Allgemein)) kann zum Ausgleichen einiger Driftarten von Retentionszeiten verwendet werden, beispielsweise bei Verdunstung von flüchtigen Komponenten in vorgemischten Lösungsmitteln oder bei einer veralteten Säule. Informationen dazu finden Sie in der Chromeleon-Hilfe oder in der Betriebsanleitung.

D.5 Wann sollten Standards wiederhergestellt werden?

Standards werden nur zum Kalibrieren verwendet und sollten immer wieder aufgefrischt werden, denn sie halten nur eine Woche.

D.6 Wann sollten Eluenten erneuert werden?

Eluenten müssen alle zwei oder drei Wochen erneuert werden. Erneuern Sie beim Auffüllen des Eluentenbehälters auch immer den Regenerenten, und füllen Sie den Regenerentenbehälter auf.

D.7 Wie wird Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress gestartet?

Klicken Sie auf der Windows-Taskleiste auf **„Start“**, und wählen Sie dann **„Programme“ > „Chromeleon“ > Chromeleon** aus.

D.8 Wie können Daten gesichert werden?

Wählen Sie in Chromeleon die Option **„File“ > „Export/Backup“** (Datei > Export/Sicherung). Sichern Sie die Daten, und geben Sie die Sicherungsquelle an. Mit Chromeleon Xpress können Daten nicht gespeichert werden.

D.9 Wie werden Daten gelöscht?

Markieren Sie im Chromeleon-Browser die zu löschende Sequenz, und wählen Sie **„File“ > „Delete“** (Datei > Löschen) aus.

D.10 Wie wird das System abgeschaltet?

Schalten Sie die Pumpe über das ICS-900-Steuerfeld von Chromeleon bzw. Chromeleon Xpress aus (siehe Abbildung 2-11). Schalten Sie am ICS-900 den Netzschalter auf der Rückplatte aus (siehe Abbildung 2-3).

D.11 Wie werden Säulen gelagert?

Säulen müssen in Elutionsmittel aufbewahrt werden. Umfassende Informationen dazu finden Sie in der Säulenanleitung. Säulenanleitungen befinden sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N053891).

D.12 Wie wird die Verunreinigung einer Säule erkannt?

Informationen dazu finden Sie in der Säulenanleitung im Abschnitt zur Behandlung von Problemen. Säulenanleitungen befinden sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N053891).

D.13 Wie werden Säulen gereinigt?

Informationen dazu finden Sie in der Säulenanleitung im Abschnitt zur Behandlung von Problemen. Säulenanleitungen befinden sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N053891).

D.14 Welche Ursachen gibt es für eine hohe Leitfähigkeit?

Eine hohe Leitfähigkeit kann folgende Ursachen haben:

- Der Suppressor muss sich regenerieren. Informationen zur Behandlung von Problemen am Suppressor finden Sie in der Suppressoranleitung. Suppressoranleitungen befinden sich auf der Dionex Reference Library CD-ROM (P/N053891).
- Der Regenerent ist verbraucht und muss erneuert werden. Eine Anleitung zum Vorbereiten des Regenerenten finden Sie in Abschnitt 3.5.
- Die Messzelle ist nicht kalibriert. Eine Kalibrieranleitung finden Sie in Abschnitt 5.1.4.

E • Einführung in die Ionenchromatographie (IC)

Das Ionenchromatographiesystem ICS-900 (ICS-900) von Dionex dient der isokratischen Ionenanalyse mittels Leitfähigkeitsdetektion (Suppressortechnik). Ein Ionenchromatographiesystem wie das ICS-900 besteht typischerweise aus einem flüssigen Elutionsmittel, einer Hochdruckpumpe, einem Probeninjektor, einer Trennsäule, einem chemischen Suppressor und einer Leitfähigkeitsmesszelle. Vor dem Ausführen einer Probe wird das System mit einer Standardlösung kalibriert. Durch Vergleichen der von einer Probe erhobenen Daten mit den Daten des Kalibriernormals können Probenionen identifiziert und quantifiziert werden. Mit einer auf einem PC ausgeführten Chromatographiesoftware wird jeder Peak in einem Chromatogramm in eine bestimmte Probenkonzentration übersetzt, und daraus wird eine übersichtliche Ausgabe der Ergebnisse erstellt.

Die IC-Analyse erfolgt in vier Schritten (siehe Abbildung E-1):

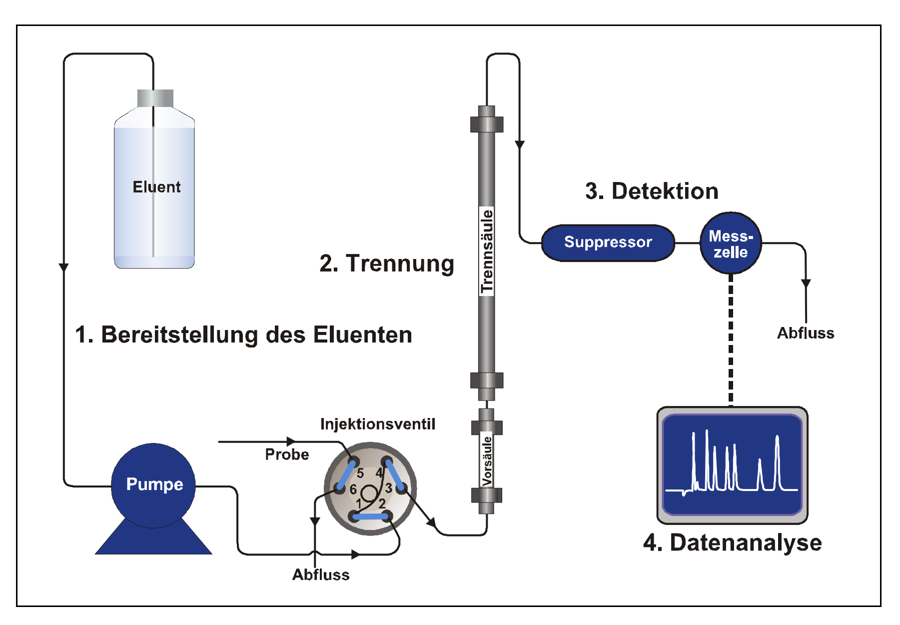


Abbildung E-1. Ionenanalyseverfahren

1. **Eluentenbereitstellung**
    - Das Eluent ist eine Flüssigkeit, das die Trennung der Probenionen unterstützt, indem es die Probe durch das Ionenchromatographiesystem transportiert. Das ICS-900 ist ein isokratisches Bereitstellungssystem. Das bedeutet, dass die Zusammensetzung und Konzentration des Eluenten während des Durchlaufs konstant bleibt.
    - Die Flüssigkeitsprobe wird entweder manuell oder bei angeschlossenem Autosampler automatisch in den Eluentenstrom injiziert.
    - Mittels der Pumpe werden das Eluent und die Probe durch eine Trennsäule (eine chemisch-inerte und mit Harzmaterial gepackte Leitung) gepumpt.
2. **Trennung**
    - Nachdem Eluent und Probe durch die Trennsäule geführt wurden, sind die Probenionen getrennt. Der Trennungsmodus im ICS-900 wird Ionenaustausch genannt. Dieser basiert auf der Annahme, dass unterschiedliche Probenionen durch die IC-Säule mit unterschiedlichen Anteilen wandern, in Abhängigkeit von deren Interaktion mit den Ionenaustauschbereichen.
3. **Detektion**
    - Wenn Elutionsmittel und Probenionen die Säule verlassen, fließen sie durch einen Suppressor, der selektiv die Detektion der Probenionen verbessert, indem die Leitfähigkeit des Eluenten unterdrückt wird.
    - Eine Leitfähigkeitsmesszelle überwacht und misst den elektrischen Leitwert der Probenionen, wenn sie aus dem Suppressor austreten, und generiert ein Signal, dass auf einer chemischen oder physikalischen Eigenschaft des Analyts beruht.
4. **Datenanalyse**
    - Die Leitfähigkeitsmesszelle überträgt das Signal an einen PC, auf dem eine Chromatographiesoftware ausgeführt wird.
    - Die Chromatographiesoftware analysiert die Daten durch Vergleich der Probenpeaks in einem Chromatogramm mit denen, die durch eine Standardlösung erzielt wurden. Die Software erkennt die Ionen

anhand der Retentionszeit und quantifiziert jedes Analyt durch Einbeziehen von Peakfläche oder Peakhöhe. Die Ergebnisse werden als Chromatogramm angezeigt. Es enthält die automatisch ermittelten und geordneten Konzentrationen der ionischen Analyte.

HINWEIS **Ein Glossar mit den Begriffen der Chromatographie finden Sie in Anhang F.**

Analytische Säule
Gleichbedeutend mit **Trennsäule**.

Bandspreizung
Verbreiterung des Probenbandes beim Durchgang durch die Säule. Bandspreizung kann auch in einem Injektionsventil, einer Detektormesszelle und einer Verbindungsleitung erfolgen.

Kalibrierkurve
Grafische Darstellung der Detektorreaktion in Peakhöhe oder Peakfläche gemäß der Analytkonzentration.

Retentionsfaktor (k´)
Zahlenwert für das durch die Säule gepumpte Säulenvolumen des Eluenten, das zum Eluieren eines Analyts erforderlich ist. Der Retentionsfaktor ist dimensionslos und unabhängig von Säulenlänge oder Eluentenflussrate. Er wird wie folgt berechnet:

$$k' = \frac{t_r - t_o}{t_o}$$

Wobei: t_r = Retentionszeit
t_o = Retentionszeit der nicht retardierten gelösten Stoffe (Säulenleervolumen)

Messzellenkonstante (k)
Faktor, der experimentell durch Messen des Leitwertes (G) der Standardlösung bei bekannter Äquivalenzleitfähigkeit (k) ermittelt wird.

$$k = \kappa / G$$

Der Wert für k hängt von der Oberfläche der Elektroden und der Distanz zwischen den Elektroden in der Leitfähigkeitsdetektorzelle ab.

$$k = l/A$$

Wobei: l = Länge
A = Fläche einer Elektrode (die andere Elektrode ist gleich der Ersten)

Kanalbildung
Bevorzugter Flussweg einer Flüssigkeit entlang eines offeneren, weniger beständigen Weges durch das Säulenpaket. Dies führt zu einer **Bandspreizung**.

Säulentrennleistung (N)
Maß für die *Enge* der Analytbänder, wenn sie von der Säule eluieren. Ein hoher Wert ist erwünscht, da sich die Trennleistung der Lösung zwischen eng aneinanderliegenden Bändern verbessert. Für einen symmetrischen (Gauß-) Peak kann die Trennleistung folgendermaßen ermittelt werden:

$$N = 5{,}54\ (t_1/W_{1/2})^2$$

Wobei: t_1 = Retentionszeit des Peaks in Sekunden
$W_{1/2}$ = Peakbreite bei halber Höhe in Sekunden

Die Trennleistung der Säule verhält sich proportional zur Säulenlänge: Bei gleichem Harzmaterial und gleichem Säulendurchmesser erhöht sich bei höherer Säulenlänge auch die Trennleistung. Gleichbedeutend mit **Theoretischer Boden**.

Säulenselektivität (a)
Beschreibt die relative Trennung von Bandmaxima zwischen zwei benachbarten Peaks. Die Selektivität kann wie folgt ermittelt werden:

$$a = (t_2 - t_0)/(t_1 - t_0)$$

Wobei: t_1 und t_2 = Retentionszeit von entweder Komponente 1 oder 2
t_0 = Retentionszeit der nicht retardierten Komponenten (Leervolumen)

Konzentratorsäule
Kurze Säule, die zum Retardieren und Konzentrieren von Analyten des gemessenen Volumens einer relativ reinen Probe verwendet wird. Dadurch können große Volumen einer Probe injiziert werden, da die Detektionsgrenzwerte der Konzentration reduziert werden.

Leitfähigkeit
Messwert für die Fähigkeit, mit der elektrischer Strom durch eine Flüssigkeit fließt, die sich zwischen zwei unterschiedlich geladenen Elektroden befindet.

Leitfähigkeit (auch elektrischer Leitwert) ist eine Eigenschaft von Ionen in einer Lösung. Die Maßeinheit ist Siemens.

Gegenion
Ionen tragen eine Ladung, die entgegengesetzt der Ladung der Probenionen ist (z. B. Na^+ kann das Gegenion zu einem Cl^--Analyt sein). Diese Ionen sorgen dafür, dass die Lösung elektrisch neutral ist.

% Crosslink
Anteil von Divinylbenzol in einem Polystyrol/Divinylbenzol (PS-DVB)-Harz. Der Wert gibt die mechanische Festigkeit des Harzmaterials an und macht Aussagen über dessen chromatographische Eigenschaften.

Elektrischer Leitwert

Äquivalentleitfähigkeit (λ)
Anteil von ionischer Spezies an der Gesamtleitfähigkeit einer Lösung, gemessen in einer Standardmesszelle mit Elektroden von 1 cm^2 Fläche und genau 1 cm Abstand.

Vorsäule
Kleine Säule, mit der die Verunreinigung der Trennsäule verhindert wird, indem organische Verunreinigungen sorbiert und Partikel entfernt werden. Sie ist mit dem gleichen Material wie die Trennsäule gefüllt. Gleichbedeutend mit **Vorsäule**.

HETP (H)
Height **E**quivalent to a **T**heoretical **P**late, dt. Trennstufenhöhe eines theoretischen Bodens. Maß für die Trennleistung der Säule, ermöglicht den Vergleich von Säulen verschiedener Länge.

$$HETP = H = L/N$$

Wobei: L = Säulenlänge (mm)
N = Trennstufenzahl

Ionenaustauschleistung
Anzahl der aktiven Ionenaustauschabschnitte bei einem gegebenen Gewicht oder Volumen von Harz. Wird normalerweise in meq/g oder meq/mL ausgedrückt.

Ionenaustauscherharz
Eine unlösliche Polymermatrix, die fest definierte Austauschbereiche enthält (anionisch oder kationisch). Die IC-Harze sind zu kleinen Kügelchen geformt.

Füllung
Füllmaterial einer chromatographischen Säule, besteht normalerweise aus einem Harz oder silikatischem Material.

Membranartiges Harz
Harz mit einem festen, nicht porösen Kern, der mit einer dünnen Schicht von Material höherer Porosität umgeben ist. Die Austauschbereiche des membranartigen Ionenaustauscherharzes befinden sich nur auf der Mantelschicht des Kügelchens. Diese Harze weisen nur eine geringe Trennleistung auf.

Vorsäule
Gleichbedeutend mit **Vorsäule**.

Regenerent
Verdünnte Säure oder Base, mit der im Suppressor die Ionenaustauscherstellen wieder in den Zustand überführt werden, in dem sich die Leitfähigkeit des Eluenten unterdrücken lässt.

Harz
Siehe **Ionenaustauscherharz**.

Auflösung (R)
Maß für die Trennung zweier Probenkomponenten. Der Wert errechnet sich aus dem Verhältnis zwischen dem Abstand zweier Peakmaxima und dem Mittelwert der Peakbreite an der Basislinie.

$$R = 2(t_2 - t_1)/(W_2 + W_1)$$

Wobei: t_1 und t_2 = Retentionszeit von Komponente 1 oder 2, entsprechend
W_1 und W_1 = Basislinienbreite von Peak 1 oder 2, entsprechend (in derselben Einheit wie die Retentionszeit gemessen)

R ist proportional zur Quadratwurzel der Trennleistung (N). Ein Wert von R = 1,5 steht für die „Basislinientrennung“ zweier Peaks.

Retentionszeit
Zeit zwischen Injektion und Peakmaximum. Der Wert ist die Grundlage für die Identifizierung von Spezies bei der chromatographischen Analyse.

Trennsäule
In der Trennsäule erfolgt die chromatographisch Trennung. Wird auch Analytische Säule genannt.

Siemens (S)
Maßeinheit für den elektrischen Leitwert. Ist der Reziprokwert des elektrischen Widerstands einer Lösung.

Suppressor
Gerät zur Minimierung der Leitfähigkeit des Eluenten und zur Umwandlung der Probenspezies in eine allgemeine Form, sodass die Detektionsempfindlichkeit erhöht wird.

Temperaturkoeffizient
Prozentuale Änderung der Leitfähigkeit einer Lösung bei einer Temperaturänderung von 1 ^{o}C. Jede Lösung weist einen charakteristischen Temperaturkoeffizienten auf, der experimentell ermittelt wurde.

Theoretischer Boden (N)
Siehe **Säulentrennleistung**.

Leervolumen (V_0)
Das dem Eluenten in einer gepackten Säule zur Verfügung stehende Volumen. Dieser Volumenwert enthält auch das Volumen zwischen Injektionsventil und Säule sowie das Volumen zwischen Säule und Detektormesszelle. Nicht retardierte Komponenten werden im Leervolumen eluiert.

Index

C

D

E

K

L

M

N

O

P

Q

R

S

T

U

V

W

Z

